



**KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH GmbH**

Institut für Festkörperforschung

**Eine Apparatur zur Untersuchung  
des bestrahlungsinduzierten Kriechens**

von

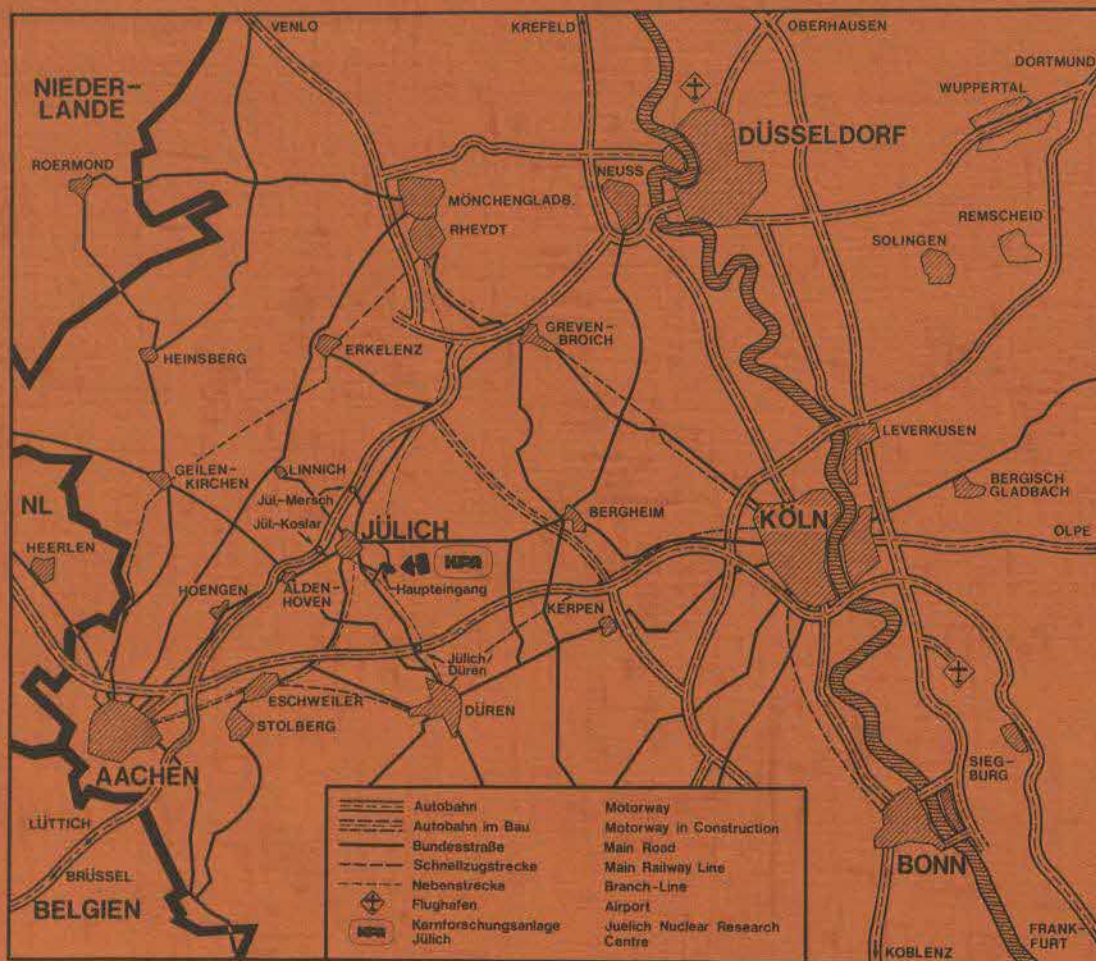
Ch. Schwaiger

**Jül - Spez - 58**

**Oktober 1979**

ISSN 0343-7639





Als Manuskript gedruckt

**Spezielle Berichte der Kernforschungsanlage Jülich – Nr. 58**

Institut für Festkörperforschung JöI - Spez - 58

Zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH,  
Jülich, Bundesrepublik Deutschland

# **Eine Apparatur zur Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens**

von

Ch. Schwaiger

Diss. Technische Universität Wien

An dieser Stelle möchte ich Herrn Dr. H. Ullmaier und Herrn Univ.-Dozent Dr. H. Weber für die Betreuung meiner Arbeit danken. Weiter möchte ich Herrn Prof. W. Schilling dafür danken, daß er mir die Möglichkeit gab, diese Arbeit am Institut für Festkörperforschung der Kernforschungsanlage Jülich durchzuführen. Mein Dank gilt auch Herrn J. Viehweg für seine Unterstützung bei der Durchführung der Experimente sowie Herrn Dr. P. Jung für alle fruchtbaren Diskussionen. Ebenso bin ich den Mitarbeitern des Jülicher Kompaktzyklotrons zu Dank verpflichtet.

Schließlich möchte ich mich bei Frl. G. Koll bedanken, die mein Manuskript in eine ordentliche Form gebracht hat.

## INHALTSVERZEICHNIS

	Seite
1. Einleitung	1
2. Strahlenschäden in Metallen	4
2.1 Erzeugung von Punktdefekten	4
2.2 Berechnung der Defekterzeugungsrate	6
2.3 Kernumwandlungen	10
3. Die Simulation von neutroneninduzierten Strahlenschäden durch geladene Teilchen	11
3.1 Bestrahlung mit schweren Ionen	11
3.2 Bestrahlung mit Elektronen	12
3.3 Bestrahlung mit leichten Ionen	13
4. Experimentelles	16
4.1 Optimierung von Probendimension und Bestrahlungsparameter	16
4.2 Probenkühlung	20
4.2.1 Möglichkeiten der Probenkühlung	21
4.2.2 Heliumkühlgaskreislauf	23
4.3 Probentemperaturmessung bzw. -regelung	32
4.3.1 Probentemperaturmessung	34
4.3.2 Probentemperaturregelung	40
4.4 Probenhalter	45
4.5 Strahlführung und Strahlstrommessung	48
4.6 Meßfehlerabschätzung	50
4.7 Probenform und Probenzusammensetzung	53
5. Ergebnisse	56
5.1 Kriechkurve	56
5.2 Abhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens von der angelegten Zugspannung	59
5.3 Temperaturabhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens	64
5.4 Abhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens von der Defekterzeugungsrate	65
5.5 Mikrostruktur der bestrahlten Proben	67

6. Diskussion	68
6.1 Mechanismen, die zu einem bestrahlungs- induzierten Kriechen führen	68
6.2 Vergleich der gemessenen Kriechraten mit den theoretischen Modellen	74
7. Zusammenfassung	79
8. Literaturliste	81

---

## Kurzfassung

Zusätzlich zum Schwellen und zur Versprödung wird die Einsatzdauer von Strukturmaterialien in schnellen Brutreaktoren und künftigen Fusionsreaktoren durch das bestrahlungsinduzierte Kriechen der Metalle und Legierungen begrenzt. Da die Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens mit Hilfe von Reaktorexperimenten unter anderem durch die langen Meßzeiten und durch das Problem erschwert wird, geeignet instrumentierte Versuchsanordnungen in einem Reaktorkern unterzubringen, wird versucht, den durch die Neutronen produzierten Strahlenschaden durch den Beschuß mit leichten Ionen zu simulieren. Ziel der Arbeit war es, eine Apparatur zur Messung des bestrahlungsinduzierten Kriechens dünner Metallfolien unter Beschuß mit leichten Ionen aufzubauen, die die kontinuierliche Registrierung der Dehnung während der Bestrahlung ermöglichen sollte. Die Bestrahlung erfolgte mit 9 MeV Deuteronen, die bei der zur Untersuchung von mechanischen Eigenschaften erforderlichen Mindestprobendicke eine homogene Durchstrahlung der Probe gewährleisten. Über eine entsprechende Regelung der Probertemperatur gelang es, Längenänderungen der Probe, die durch die Variation der Probertemperatur infolge von Schwankungen in der Ionenstrahlstromstärke auftraten, so zu begrenzen, daß das Auflösungsvermögen der Apparatur für Kriechdehnungen bei etwa  $10^{-5}$  lag. Die in der Probe erzeugte Wärme wurde durch schnellströmendes Heliumgas abgeführt, was im Vergleich zu anderen Simulationsexperimenten höhere Ionenstrahlströme und damit kürzere Meßzeiten erlaubte.

Die Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens von Edelstahl vom Typ 316 ergab, daß die Kriechrate bei kleinen Spannungen linear mit der angelegten Spannung ansteigt, während sie bei höheren Spannungen mit dem Quadrat der angelegten Spannung zunimmt. Vergleiche mit der Theorie zeigten, daß im Bereich geringer Spannung das Klettern von Versetzungen infolge spannungsinduzierter selektiver Absorption von Zwischengitteratomen der dominierende Mechanismus für das bestrahlungsinduzierte Kriechen ist, während bei höheren Spannungen offen-

bar Klettern und anschließendes Gleiten von Versetzungen auftritt. Auch die experimentell gefundene lineare Zunahme des bestrahlungsinduzierten Kriechens mit der Atomverlagerungsrate unterstützte die Annahme, daß eine spannungsinduzierte selektive Absorption von Zwischengitteratomen an geeignet orientierten Versetzungen der dem Kriechprozeß zugrundeliegende Mechanismus ist.

---



## 1. Einleitung

Die in schnellen Brutreaktoren und in zukünftigen Fusionsmaschinen als Strukturwerkstoffe eingesetzten Materialien unterliegen einer hohen Strahlenbelastung, die zur Entstehung von Strahlenschäden führt. Als Folge davon kann es zu starken Änderungen der mechanischen Eigenschaften dieser Materialien kommen, welche den wirtschaftlichen Betrieb und die Sicherheit der Reaktoren entscheidend bestimmen. Zu den dabei technisch am bedeutsamsten Prozessen gehören das Schwellen, die Hochtemperaturversprödung und das bestrahlungsinduzierte Kriechen.

Als bestrahlungsinduziertes Kriechen bezeichnet man die unter dem Einfluß einer Spannung auftretende zeitabhängige plastische Verformung eines Materials, die während einer Bestrahlung mit Neutronen oder geladenen Teilchen zusätzlich zu der Deformation auftritt, die sich ohne Bestrahlung ergeben würde. Bestrahlungsinduziertes Kriechen wurde zum erstenmal von Roberts und Cottrell an Uran beobachtet /1/. Das beobachtete Kriechen wurde mit inneren Spannungen erklärt, die durch anisotropes Wachstum benachbarter Kristalle entstehen sollten. Man erwartete deshalb, daß dieser Prozeß nur in anisotropen Material zu beobachten sein würde. Im Gegensatz dazu wurde 1959 eine bestrahlungsinduzierte Spannungsrelaxation an austenitischem Edelstahl vom Typ 304 festgestellt /2/. Diese Ergebnisse konnten 1962 durch die Messung einer bestrahlungsinduzierten Torsionsspannungsrelaxation an demselben Material bestätigt werden /3/. Bis dahin war es nicht klar, ob es sich beim bestrahlungsinduzierten Kriechen um ein transientes oder anhaltendes Phänomen handelt. 1967 führten Lewthwaite und Mitarbeiter Experimente an verschiedenen Materialien im Dounreay Materialtestreaktor durch /4/. Diese Untersuchungen, bei denen die Längenänderung von vorgespannten Federn während der Bestrahlung gemessen wurde, ergaben eindeutig, daß es sich beim bestrahlungsinduzierten Kriechen um einen Vorgang handelt, der sich nicht sättigt. Dies wurde inzwischen für eine Vielzahl von anderen Materialien

(z.B. Ni, Ni-Basislegierungen, Typ 316 Edelstahl usw.) bestätigt.

Bis 1972 waren die vorhandenen Daten über bestrahlungsinduziertes Kriechen auf eine maximale Neutronendosis von  $1,5 \cdot 10^{22} \text{ n/cm}^2$  ( $E > 0,1 \text{ MeV}$ ) und auf Temperaturen unterhalb  $400^\circ\text{C}$  beschränkt. Basierend auf diesen Ergebnissen nahm man an, daß das bestrahlungsinduzierte Kriechen temperaturunabhängig und dosisunabhängig sei und linear mit der Spannung zu oder abnimmt. Im Gegensatz zum Schwellen hielt man den Einfluß des bestrahlungsinduzierten Kriechens auf das Verhalten des Kerns eines schnellen Brütters für gering, hauptsächlich wegen der bis zu diesem Zeitpunkt beobachteten kleinen Kriechraten. Da zur selben Zeit schon bekannt war, daß in Brutreaktorkomponenten erhebliches Schwellen auftreten konnte, erwartete man, daß dieses Schwellen zusammen mit dem geringen bestrahlungsinduzierten Kriechen zu erheblichen inneren Spannungen in den Strukturmaterialien führen sollte. In der Hoffnung aus der Messung dieser inneren Spannungszustände Aufschlüsse über das bestrahlungsinduzierte Kriechen bei hohen Neutronendosen zu erhalten, führten Foster und Mitarbeiter entsprechende Untersuchungen durch /5/. Wenn auch die untersuchten Komponenten ursprünglich nicht zur Messung des bestrahlungsinduzierten Kriechens konzipiert worden waren und deshalb einige Probleme bezüglich der Interpretation der Meßergebnisse auftauchten, so zeigten diese Experimente dennoch, daß sich einerseits die bestrahlungsinduzierte Kriechrate mit der Neutronendosis verändern kann und andererseits die Kriechraten wesentlich höher liegen, als man bisher angenommen hatte. Seither betrachtet man auch das bestrahlungsinduzierte Kriechen als ein besonders wichtiges Problem bei der Entwicklung von Brutreaktoren und - in weiterer Zukunft - von Fusionsreaktoren.

In herkömmlichen Materialtestreaktoren ist es sehr kostspielig und schwierig entsprechend instrumentierte Experimente durchzuführen, deren Resultate es gestatten, die eine oder andere Theorie aus der Vielzahl von derzeit existierenden Theorien /6/ zum bestrahlungsinduzierten Kriechen zu unterstützen

oder zu widerlegen. Aus diesem Grund hat Harkness 1972 /7/ erstmals versucht, die Strahlenschäden, die zum bestrahlungsinduzierten Kriechen führen, durch die Bestrahlung mit leichten Ionen aus einem Zyklotron zu erzeugen.

Einige Jahre später wurde diese Simulationstechnik in anderen Laboratorien aufgegriffen und mit unterschiedlichem Erfolg entsprechende Apparaturen geplant und gebaut (s. Zusammenstellung S.44). Die vorliegende Arbeit beschreibt einen der wenigen erfolgreichen Versuche auf diesem Gebiet. Nach einer Darstellung der experimentellen Überlegungen zur Lösung der gestellten Aufgabe und deren apparativen Ausführung (Kap. 4) wird über erste Resultate von Kriechmessungen am Typ 316 Edelstahl berichtet (Kap. 5) und ein Vergleich mit theoretischen Modellen versucht (Kap. 6). Für den nichtspezialisierten Leser wurden noch einige allgemeine Bemerkungen über Strahlenschäden in Metallen (Kap. 2) und Simulationstechniken (Kap. 3) vorangestellt.

## 2. Strahlenschäden in Metallen

### 2.1 Erzeugung von Punktdefekten

Die unter dem Begriff "Strahlenschäden" bekannten makroskopischen Phänomene können auf zwei elementare Wechselwirkungen zwischen Teilchenstrahlen und Gitteratomen zurückgeführt werden:

1. Die auf dem Kristall auftreffenden Teilchen übertragen eine Rückstoßenergie  $T$  auf die Gitteratome. Wenn diese übertragene Energie  $T$  die für die Verlagerung eines Gitteratoms auf einen Zwischengitterplatz nötige Schwellenenergie  $T_d$  überschreitet, wird ein Leerstellen-Zwischengitteratompaar (Frenkelpaar) gebildet.
2. Schnelle Teilchen können Kernreaktionen verursachen, die zur Entstehung von beträchtlichen Mengen an Fremdatomen innerhalb der Matrix führen. Speziell das Edelgas Helium, das durch  $(n, \alpha)$  Reaktionen gebildet wird, spielt bezüglich des Verhaltens von Metallen und Legierungen unter Neutronenbestrahlung eine beträchtliche Rolle.

Der Prozeß der Frenkelpaarererzeugung läßt sich entsprechend dem zeitlichen Verlauf in drei Schritte unterteilen:

1. Am Beginn steht die Wechselwirkung zwischen einem Bestrahlungsteilchen und einem Gitteratom. Innerhalb einer sehr kurzen Zeitspanne von etwa  $10^{-18}$  sec wird Rückstoßenergie  $T$  auf das Gitteratom übertragen, das in der Folge als primäres Rückstoßatom bezeichnet wird. Dieser Vorgang ist durch die Wahrscheinlichkeit charakterisiert, eine bestimmte Rückstoßenergie auf das Gitteratom zu übertragen, d.h. durch den differentiellen Streuquerschnitt  $d\sigma_d/dT$ . Für Ionen der Energie  $E$  läßt sich der Streuprozess über weite Energiebereiche durch den Rutherford-Streuquerschnitt beschreiben, der proportional zu  $(ET^2)^{-1}$  ist, sodaß die Übertragung geringer Energien stark bevorzugt wird. Im Gegensatz dazu ist der Streuquerschnitt für schnelle Neutronen im Bereich niederer und mittlerer übertragender Energien  $T$

konstant, sodaß die typischen mittleren übertragenen Energien bei 10 keV liegen (s. Abb. 1).

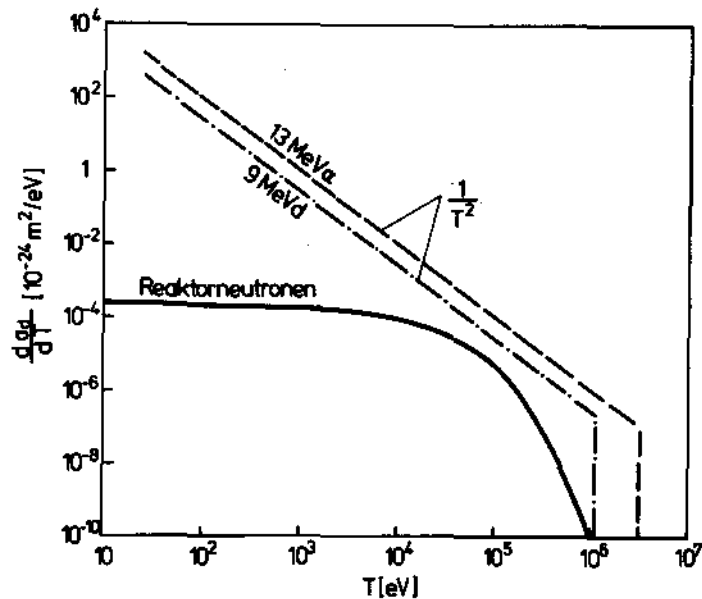


Abb. 1: Differentieller Streuwirkungsquerschnitt  $\frac{d\sigma_d}{dT}$  als Funktion der übertragenen Energie  $T$  für  $\alpha$ -Teilchen, Deuteronen, Protonen und Reaktorneutronen in Nickel /8/.

2. Wenn die übertragene Energie  $T$  im Vergleich zur Schwellenenergie  $T_d$  ( $25\text{eV} < T_d < 65\text{eV}$  für die meisten Metalle) hoch ist, kann das primäre Rückstoßatom auf seinem Weg durch den Kristall weitere Atomverlagerungen auslösen. Das Resultat ist eine sogenannte Verlagerungskaskade, die durch die Zahl und die räumliche Verteilung der in diesem zweiten Prozeß gebildeten Leerstellen und Zwischengitteratome charakterisiert wird. In elektronen- oder ionenbestrahlten Materialien werden die meisten Defekte als einzelne voneinander isoliert liegende Frenkelpaare oder in Form von kleinen Kaskaden gebildet, die nur wenige Frenkelpaare enthalten. Schnelle Neutronen dagegen erzeugen eine ganze Reihe von Kaskaden unterschiedlicher Größe, wobei die größten Kaskaden 1000 und mehr Defekte enthalten können. Typisch für eine solche Kaskade ist ihr leerstellenreicher Kern, der von

einem Ring von Zwischengitteratomen umgeben ist. Der Prozeß der Kaskadenbildung ist nach etwa  $10^{-13}$  sec abgeschlossen, wenn die kinetische Energie der Atome in der Kaskade unterhalb der Schwellenenergie gesunken ist, sodaß keine weiteren Atomverlagerungen mehr stattfinden.

3. Am Ende der Atomverlagerungsprozesse besitzen die einzelnen Atome noch immer eine sehr hohe Energie von einigen Elektronenvolt pro Atom. Diese wird zuerst durch Focusonen abgebaut und später, wenn die Temperatur unterhalb der Schmelztemperatur gesunken ist, durch Phononen. In diesem Intervall von  $10^{-11}$  sec werden innerhalb einer Verlagerungskaskade alle diejenigen Frenkelpaare durch spontane Rekombination eliminiert, die mechanisch instabil sind, weil das betreffende Zwischengitteratom zu nahe an einer Leerstelle zum Liegen kommt. Neben dieser auf einige Atomvolumina beschränkten spontanen Rekombination muß auch die Eliminierung weiter voneinander entfernter Punktdefekte berücksichtigt werden, da die Leerstellen und Zwischengitteratome bei den hohen Temperaturen, bei denen technologisch relevante Bestrahlungen durchgeführt werden, sehr mobil sind. Es ist daher anzunehmen, daß die Zahl der stabilen Defekte um mindestens 50% niedriger ist, als die ursprünglich in der Kaskade verlagerten Atome.

## 2.2 Berechnung der Defekterzeugungsrate

Zur Bewertung der Strahlenschädigung wird vielfach die Zahl der verlagerten Atome pro Gitteratom (dpa) herangezogen. Sie erlaubt den Vergleich von Experimenten mit unterschiedlichen Bestrahlungsteilchen und verschiedener Bestrahlungsenergie hinsichtlich des entstehenden Strahlenschadens.

Die Atomverlagerungsrate  $K$  (dpa/sec) ergibt sich durch die Multiplikation des Verlagerungswirkungsquerschnitts mit dem Teilchen-



fluß (Teilchen/m<sup>2</sup>sec). Der Verlagerungswirkungsquerschnitt ist durch

$$\sigma_d = \int_{T_d}^{T_m(E)} \frac{d\sigma_d}{dT} (E, T) \nu(T) dT \quad (2.1)$$

$$\frac{d\sigma_d}{dT} \left( \frac{m^2}{eV} \right) = 6,5 \cdot 10^{-24} \frac{M_1}{M_2} Z_1^2 Z_2^2 \frac{1}{E(\text{MeV})} \frac{1}{T^2(eV)} \quad (2.2)$$

gegeben.  $T_m$  ist die maximal übertragene Energie,  $d\sigma_d/dT$  der Rutherford Streuquerschnitt.  $Z_1$ ,  $Z_2$  und  $M_1$ ,  $M_2$  sind die Ordnungszahlen und Atomgewichte der Bestrahlungsteilchen bzw. der Targetatome.  $\nu(T)$  in Gleichung (2.1) beschreibt die Zahl der Atome, die pro primäres Rückstoßatom der Energie  $T$  verlagert werden. Bei übertragenen Energien unterhalb der Schwellenenergie  $T_d$  kommt es zu keinen Verlagerungen und  $\nu(T) = 0$ . Im Intervall  $T_d < T < 2T_d$  kann das primäre Rückstoßatom nur ein sekundäres Atom aus seinem Gitterplatz heraus schlagen, was  $\nu(T) = 1$  bedeutet. Im Intervall  $2T_d < T < T_m$  ergeben Modellrechnungen und Computersimulationsexperimente für  $\nu(T)$  /9/

$$\nu(T) = \frac{\beta T_{dam}}{2T_d} \quad (2.3)$$

Der Faktor  $\beta$  in Gleichung (2.3) berücksichtigt den Anteil anisotroper Streuung. Dies ist eine Modifikation des ursprünglichen Modells von Kinchin und Pease /10/, in dem harte Kugelstreuung (isotrope Streuung) angenommen wurde, was  $\beta = 1$  bedeuten würde. Typischerweise wird für  $\beta$  ein Wert von 0,8 angenommen /9/. Die in Gleichung (2.3) auftretende Energie  $T_{dam}$  ist die zur Erzeugung von Atomverlagerungen zur Verfügung stehende elastische Energie. Nach Robinson /11/ ergibt sich aus der Theorie

von Lindhard und Mitarbeitern /12/

$$T_{\text{dam}} = T |1 + kg(\epsilon)|^{-1} \quad (2.4)$$

$$g(\epsilon) = \epsilon + 0,40244\epsilon^{3/4} + 3,4008\epsilon^{1/6} \quad (2.5)$$

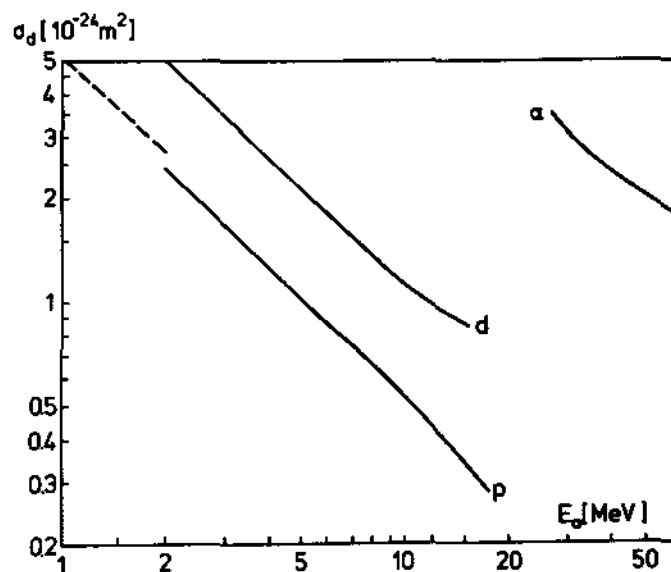
$$\epsilon = \frac{T}{0,08693Z^{7/3}} \quad (2.6)$$

$$k = 0,13272^{2/3}/A^{1/2} \quad (2.7)$$

Um die Genauigkeit der Berechnung der Atomverlagerungsrate zu verbessern, werden am NRT-Modell zwei Modifikationen durchgeführt /13/. Die erste bezieht sich auf den Bereich niedriger primärer Rückstoßenergie. Im NRT-Modell, das hauptsächlich für die Bestimmung des Strahlenschadens durch schnelle Neutronen entwickelt wurde, wird durch die Wahl einer bestimmten Schwellenenergie der unterhalb dieser Grenze entstehende Strahlenschaden nicht berücksichtigt. Diese Tatsache hat für die Bestrahlung mit schnellen Neutronen keine Konsequenzen, da hier der Beitrag von niederenergetischen primären Rückstoßatomen zum gesamten Strahlenschaden vernachlässigbar klein ist. Für Elektronenbestrahlungen oder die Bestrahlung mit leichten Ionen muß dagegen das entsprechende aus Ionenbestrahlung gewonnene Verhalten berücksichtigt werden /14/, da in diesem Fall der Hauptanteil der primären Rückstoßatome bei kleinen Energien liegt.

Die zweite Modifikation des NRT-Modells ist bezüglich der Verlagerungskaskaden notwendig, die bei Rückstoßenergien von 1 keV und mehr entstehen. Die in diesem Bereich hoher Schädigung auftretenden Rekombinationen zwischen Leerstellen und Zwischengitteratomen sind im NRT-Modell nicht berücksichtigt. Sowohl die Ergebnisse von Bestrahlungen mit leichten Ionen als auch mit thermischen Neutronen und Fusionsneutronen zeigen, daß mit zunehmender Kaskadenenergie das NRT-Modell die Zahl der stabilen Defekte überschätzt /15/. Für Kupfer und Nickel deuten

Bestrahlungen mit Ionen und Neutronen daraufhin, daß die Zahl der stabilen Defekte in den Kaskaden hoher Energie um einen Faktor 0,35 gegenüber dem aus dem NRT-Modell ermittelten Wert reduziert wird. Für Bestrahlungen mit schnellen Neutronen, bei denen beinahe alle Defekte in solchen Kaskaden hoher Energie gebildet werden, sind die effektiven Atomverlagerungsraten daher um diesen Faktor geringer als aus dem NRT-Modell berechnet. Für leichte Ionen muß nur eine geringe Korrektur angebracht werden, da hier Einzeldefekte gegenüber Kaskaden dominieren. Dies läßt sich auch an Hand von Abb. 2 erkennen, wo die nach dem modifizierten NRT-Modell berechneten Verlagerungsquerschnitte zusammen mit einem nach dem nichtmodifizierten NRT-Modell ermittelten Wirkungsquerschnitt /9/ für Protonenbestrahlung verglichen werden. Der Unterschied zwischen den beiden Berechnungsarten ist, verglichen mit dem bei Neutronenbestrahlung, äußerst gering.



**Abb. 2:** Atomverlagerungswirkungsquerschnitt  $\sigma_d$  für Edelstahl vom Typ 316 bei Bestrahlung mit  $\alpha$ -Teilchen ( $\alpha$ ), Deuteronen ( $d$ ) und Protonen ( $p$ ) als Funktion der Bestrahlungsenergie /16/. Die gestrichelte Linie entspricht /9/.

### 2.3 Kernumwandlungen

Das durch  $(n,\alpha)$  und  $(n,n\alpha)$  Prozesse gebildete Helium kann in mehrfacher Weise (Porennukleation, Versprödung, usw.) großen Einfluß auf das Verhalten von Strukturmaterialien in Kernreaktoren haben. In Abb. 3 werden die Wirkungsquerschnitte für die Bildung von Helium in Edelstahl vom Typ 316 verglichen. Die Protonenbestrahlungswerte beinhalten  $Ni^{58}$   $(p,\alpha)$  und  $Ni^{62}$   $(p,\alpha n)$  Wirkungsquerschnitte. Für Deuteronen wurden die  $(d,\alpha)$ ,  $(d,\alpha n)$  und  $(d,\alpha p)$  Reaktionen von  $Ni^{58}$  berücksichtigt. Man kann erwarten, daß die Wirkungsquerschnitte für Nickel innerhalb eines Faktors 2 für Edelstahl vom Typ 316 repräsentativ sind. Auf das bestrahlungsinduzierte Kriechen scheint Helium keinen großen Einfluß zu haben und wird deshalb im Folgenden nicht weiter behandelt.

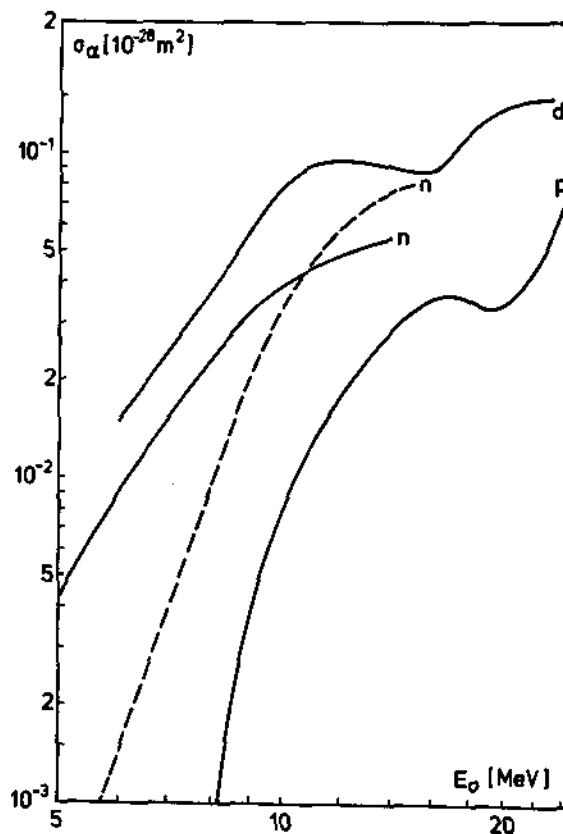


Abb. 3: Wirkungsquerschnitte  $\sigma_\alpha$  für die Bildung von Helium in Edelstahl vom Typ 316 durch Kernreaktionen als Funktion der Energie verschiedener Bestrahlungsteilchen /16/.

### 3. Die Simulation von neutroneninduzierten Strahlenschäden durch geladene Teilchen

Um neutroneninduzierte Eigenschaftsveränderungen von Metallen untersuchen zu können, müssen geeignete Proben in Materialtestreaktoren lange Zeit bestrahlt werden. Solche Bestrahlungen sind teuer und schwierig durchzuführen und erzeugen hochradioaktive Proben, die nur in heißen Zellen nachuntersucht werden können. Reaktorbestrahlungen sind natürlich trotzdem notwendig, um Legierungen in Hinblick auf ihren Einsatz in Reaktoren unter realistischen Umweltbedingungen zu testen.

Für Grundlagenuntersuchungen von Strahlenschäden, die auf ein Verständnis des physikalischen Hintergrundes der einzelnen Effekte abzielen, sind Neutronenbestrahlungen jedoch aus mehreren Gründen wenig geeignet. In Reaktoren treten nämlich alle Eigenschaftsveränderungen gleichzeitig auf, was die Analyse der einzelnen Mechanismen sehr erschwert. Als Alternative bieten sich sogenannte Simulationsbestrahlungen an, bei denen die Wirkung der Neutronen durch den Beschuß mit hochenergetischen geladenen Teilchen simuliert wird. Die Simulationsbestrahlungen können nach Art der Bestrahlungsteilchen und deren Energie in drei Gruppen eingeteilt werden.

#### 3.1 Bestrahlungen mit schweren Ionen (etwa Nickel) im Energiebereich von 2-6 MeV

Wie aus Abb. 4 zu ersehen ist, sind die damit erreichbaren Atomverlagerungsraten vergleichbar oder sogar höher als die von Elektronenbestrahlungen. Sie liegen um einige Größenordnungen über den Strahlenschädigungsraten, die in Reaktoren auftreten. Wenn auch Bestrahlungen mit schweren Ionen erfolgreich bei der Simulation der Entstehung von Poren angewendet wurden, so sind sie leider für die Untersuchung von mechanischen Eigenschaftsveränderungen wie z.B. Kriechen oder Versprödung unter Bestrahlung völlig ungeeignet. Während für solche Experi-

mente eine Mindestprobendicke von etwa 25  $\mu\text{m}$  erforderlich ist (s. Kapitel 4.1) liegt die Reichweite der schweren Ionen bei einigen  $\mu\text{m}$ , sodaß eine homogene Schädigung der Probe nicht gewährleistet ist. Eine homogene Schädigung der Probe muß jedoch als Grundvoraussetzung für die Untersuchung von mechanischen Eigenschaftsveränderungen angesehen werden.

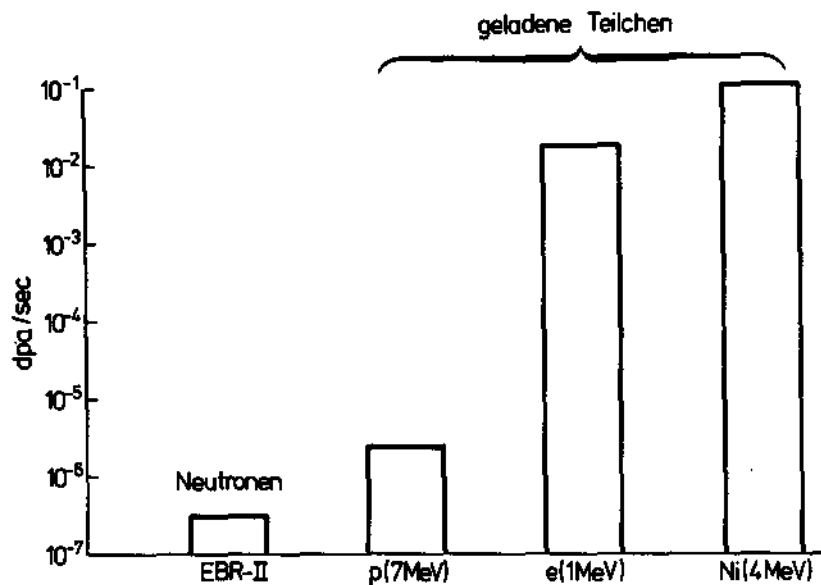


Abb. 4: Atomverlagerungsraten (in dpa/sec) in Nickel für verschiedene Bestrahlungsarten /8,9/.

### 3.2 Bestrahlungen mit Elektronen im Energiebereich von 1-3 MeV im Hochspannungselektronenmikroskop

Die maximal erreichbaren Atomverlagerungsraten liegen hier bei  $10^{-3}$  dpa/sec. Das geringe Volumen der geschädigten Regionen und deren Nähe zur Probenoberfläche macht jedoch die Untersuchung von mechanischen Eigenschaftsveränderungen unter Bestrahlung unmöglich. Da es aber im Elektronenmikroskop möglich ist, die Defektstruktur simultan zur Erzeugung zu beobachten,



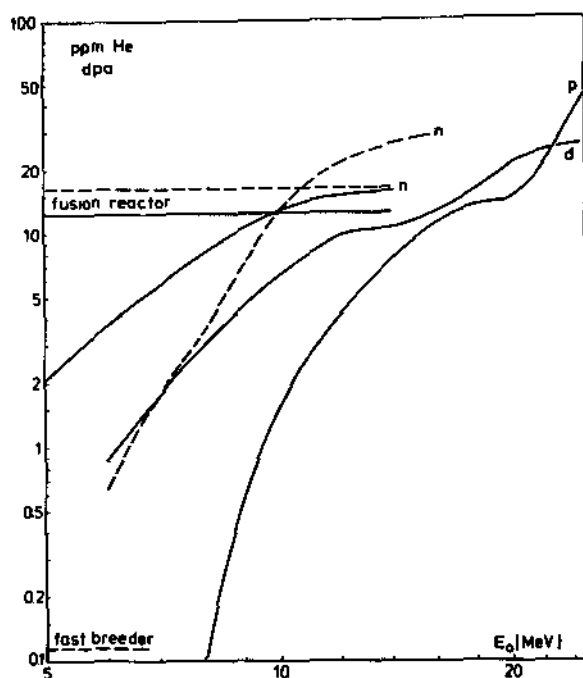
eignet sich die Elektronenbestrahlung hauptsächlich zur in situ Beobachtung des Entstehens von Poren, Versetzungen, Ausscheidungen usw. während der Bestrahlung.

### 3.3 Bestrahlungen mit leichten Ionen (etwa Protonen, Deuteronen oder $\alpha$ -Teilchen) im Energiebereich von 5-50 MeV

Diese Teilchen besitzen Reichweiten von einigen hundert Mikrometern (s. Abb. 6) und können daher Proben homogen schädigen, die auf Grund ihrer Dicke für mechanische Eigenschaftsuntersuchungen geeignet sind.

Die anderen Gründe, die die Bestrahlung mit leichten Ionen für den Fall der Untersuchung mechanischer Eigenschaften als Alternative zu Reaktorbestrahlungen sinnvoll erscheinen lassen, können in drei Punkten zusammengefaßt werden:

1. Eine, wenn auch im Vergleich zu Bestrahlungen mit Elektronen oder schweren Ionen erheblich reduzierte Atomverlagerungsrate (s. Abb. 4), die aber in den meisten Fällen noch immer über der liegt, die in heutigen Materialtestreaktoren erzielt werden kann. Die Folge ist eine entsprechend verkürzte Meßzeit.
2. Eine verschwindende oder relativ geringe Radioaktivität der Proben nach Beendigung der Bestrahlung ermöglicht deren Nachuntersuchung (TEM) ohne größere Strahlenschutzvorkehrungen.
3. Eine Steigerung der experimentellen Flexibilität wird speziell in Hinblick auf die Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens durch ein höheres Auflösungsvermögen für Kriechdehnungen erzielt. Dies ist auf die im Vergleich zu Reaktorbestrahlungen verbesserte Probentemperaturkontrolle zurückzuführen. Außerdem besteht die Möglichkeit, während der Bestrahlung auf einfache Art und Weise Versuchsparameter, wie etwa Spannung oder Probentemperatur zu ändern. Durch die Wahl entsprechender Bestrahlungsteilchen und deren Energie kann zusätzlich das Verhältnis von Heliumproduktionsrate zu Atomverlagerungsrate in einem weiten Bereich variiert werden (s. Abb.5).



**Abb. 5:** Verhältnis von Heliumproduktionsrate (s. Abb. 3) zu Atomverlagerungsrate in Edelstahl vom Typ 316 als Funktion der Energie verschiedener Bestrahlungsteilchen /16/. Die Werte für einen Brutreaktor (EBR-II) und einen künftigen Fusionsreaktor sind zum Vergleich angegeben.

Diesen Vorteilen stehen im wesentlichen drei gravierende Nachteile der Simulationsbestrahlungen mit leichten Ionen verglichen mit Neutronenbestrahlung gegenüber:

1. Wie schon in Kapitel 2.1 ausführlich erläutert, unterscheidet sich die bei der Bestrahlung mit leichten Ionen entstehende Defektstruktur ganz wesentlich von der, die bei Neutronenbestrahlung entsteht. Dies hat zur Folge, daß der Vergleich von Ergebnissen von Ionen- und Neutronenbestrahlung auf der Basis der Atomverlagerungsraten unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Defektstruktur durchgeführt werden muß.

Da solch eine Korrelation mit großen Unsicherheiten behaftet ist, sollten quantitative Schlüsse von Simulationsexperimenten auf Reaktorbedingungen mit Vorsicht aufgenommen werden.

2. Die stärkere Wechselwirkung der geladenen Teilchen mit den Targetatomen führt zu einer stärkeren Abbremsung, sodaß die Defekterzeugung nur für dünne Proben homogen ist. Außerdem macht sie im allgemeinen eine intensivere Probenkühlung notwendig.

3. Trotz der gegenüber Reaktoren etwas erhöhten Defektproduktionsrate bleiben die Untersuchungen auf den Niedrigdosisbereich beschränkt, da die kontinuierliche Bestrahlungsdauer an Teilchenbeschleunigern (Zyklotron) zeitlich recht begrenzt ist: nimmt man 5 Tage als obere Grenze an, so erreicht man bei  $K = 5 \cdot 10^{-6}$  dpa/sec (s. Abb. 4) eine maximale Dosis von nur etwa 2 dpa.

## 4. Experimentelles

### 4.1 Optimierung von Probendimension und Bestrahlungsparameter

Im interessierenden Energiebereich von 5-50 MeV verlieren die geladenen Teilchen beim Durchgang durch Materie Energie hauptsächlich durch elektronische Anregungen. Da der Verlagerungswirkungsquerschnitt in erster Näherung indirekt proportional zur Bestrahlungsteilchenenergie  $E$  verläuft (s. Gl. (2.2)) führt der Energieverlust der Ionen mit zunehmender Eindringtiefe zu einem Anstieg der Atomverlagerungsrate über die Probendicke:

$$\frac{\sigma_d(\kappa)}{\sigma_d(0)} = \left| 1 - \frac{2\kappa}{E(0)} \left( \frac{\partial E}{\partial K} \right)_0 \right|^{-1/2} \quad (4.1)$$

$\kappa$  steht für die Massendichte (in  $\text{kg/m}^2$ ) der Probe. Die Zunahme der Atomverlagerungsrate mit der Probendicke begrenzt diese nach oben, wenn der Gradient der Strahlenschädigung über die Probe auf vertretbare Werte beschränkt werden soll. Die Probendicke sollte daher weit unterhalb der maximalen Reichweite der Ionen liegen. Da mit abnehmender Ionenenergie neben dem Energieverlust durch die elektronische Anregung auch die Abbremsung durch die Wechselwirkung mit den Targetatomkernen immer mehr an Bedeutung gewinnt, läßt sich diese maximale Reichweite nicht direkt aus Gleichung (4.1) durch Integration gewinnen, da diese nur im Bereich hoher Ionenenergie gültig ist. Die in Abb. 6 als Funktion der Energie aufgetragenen Reichweiten verschiedener leichter Ionen sind nach /17/ hinsichtlich der Kernwechselwirkung korrigiert. Außerdem wurde die Annahme von /9/ übernommen, daß die Ionenreichweite in Eisen innerhalb etwa 5% mit der in Edelstahl vom Typ 316 übereinstimmt.

Während die Probendicke nach oben durch die Reichweite der Ionen beziehungsweise durch die entstehende Inhomogenität der Strahlenschädigung begrenzt wird, wird sie nach unten hin durch die Problematik der Extrapolation der an dünnen Folien gewonnenen Ergebnisse auf das Vollmaterial eingeschränkt. In /18/ wird demon-

striert, daß Edelstahlfolien das Verhalten von Vollmaterial hinsichtlich einer Beanspruchung durch eine Zugspannung richtig wiedergeben, falls die Probendicke drei Korndurchmesser überschreitet. In thermischen Kriechexperimenten wird die Forderung bestätigt, daß der Korndurchmesser wesentlich unterhalb der Probendicke liegen muß /19/. Untersuchungen an 20% kaltbearbeitetem Edelstahl vom Typ 316 zeigten keinen Einfluß der Probendicke auf die thermische Kriechrate ab einer Mindestprobendicke von 25  $\mu\text{m}$  /20/.

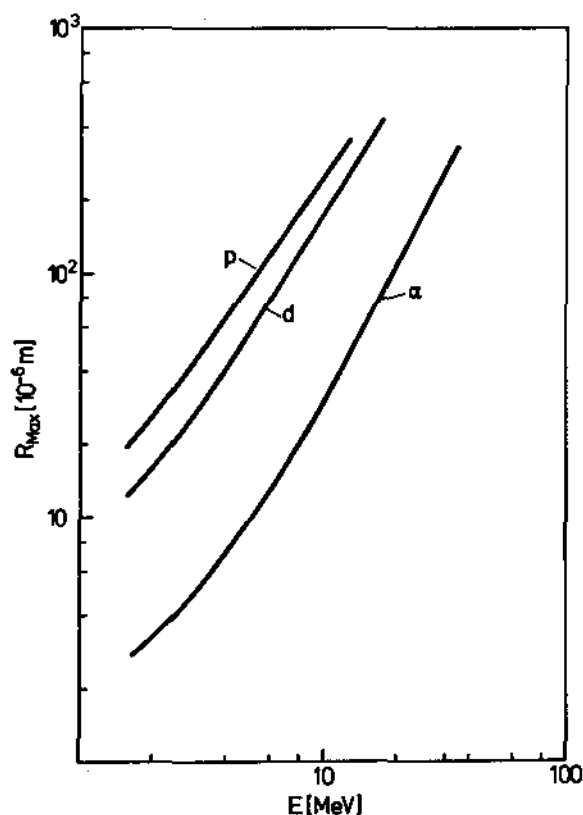


Abb. 6: Maximale Reichweite verschiedener leichter Ionen als Funktion der Energie in Edelstahl vom Typ 316

Ausgehend von diesen Erkenntnissen wurde für diese Arbeit eine Probendicke von 50  $\mu\text{m}$  gewählt. Die Auswahl der Bestrahlungsteilchen und deren Energie erfolgt dann unter Berücksichtigung der Probendicke an Hand folgender Kriterien:

1. Die Änderung der Atomverlagerungsrate über die Probendicke durch den Energieverlust der Ionen soll 40% nicht überschreiten. Die Zunahme der Defekterzeugungsrate  $K$  mit der Eindringtiefe  $x$  kann gemäß Gleichung (4.1) in guter Näherung durch ein Parabelgesetz beschrieben werden:

$$K(x) = K(0) [1 + \alpha x + \beta x^2 + \dots] \quad (4.2)$$

Da an Stellen hoher Schädigungsrate die Spannung  $\sigma$  in der Probe durch bestrahlungsinduzierte Kriechprozesse abgebaut wird, stellt sich eine inhomogene Spannungsverteilung  $\sigma(x)$  über die Probendicke ein. Die mittlere Spannung  $\tau$  entspricht dabei der von außen anliegenden Spannung

$$\tau = 1/d_0 \int_0^{d_0} \sigma(x) dx \quad (4.3)$$

$d_0$  steht für die Probendicke. Die an der Probe gemessene Dehnung ergibt sich als Summe der bestrahlungsinduzierten Kriechdehnung und der elastischen Dehnung, die infolge der inhomogenen Spannungsverteilung über die Probendicke variiert.

$$\bar{\epsilon} = \epsilon_{irr}(x) + \frac{1}{E} |\sigma(x) - \tau| \quad (4.4)$$

$E$  ist der Elastizitätsmodul. In der Literatur wird größtenteils von einer linearen Spannungsabhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens berichtet /21/, andererseits gibt es auch Ergebnisse, die auf einen nichtlinearen Zusammenhang zwischen Bestrahlungskriechen und Spannung hinweisen /22/. Sowohl für den Fall einer linearen als auch einer quadratischen Abhängigkeit läßt sich zeigen, daß die Abweichungen der experimentell gefundenen Beziehung

$$\dot{\epsilon} = B' f(\tau) K' \quad (4.5)$$

von dem theoretischen Zusammenhang

$$\dot{\epsilon} = B f(\tau) K \quad (4.6)$$



minimal sind, solange die Änderung der Schädigungsrate noch in etwa linear mit der Probendicke vor sich geht. In diesem Fall kann auch der Fehler in der Bestimmung der Verlagerungsrate durch die Wahl einer mittleren Schädigungsrate sehr klein gehalten werden. Für Nickelfolien von 150  $\mu\text{m}$  Dicke und 17 MeV Deuteronen wurde gezeigt, daß der Einfluß einer inhomogenen Strahlenschädigung auf Kriechrate und Spannung erst knapp unterhalb der Fließspannung merkbar wird. Ändert sich die Spannungsabhängigkeit des Bestrahlungskriechens von einem Spannungsbereich zum anderen, so wird durch die inhomogene Strahlenschädigung nur der Übergangsbereich etwas verschmiert /23/.

2. Um den Aufwand für die Probenkühlung möglichst gering zu halten, soll das Verhältnis zwischen Verlustwärmeproduktion der Ionen in der Probe und der Atomverlagerungsrate möglichst klein sein. Dieses Verhältnis für eine 50  $\mu\text{m}$  dicke Edelstahlfolie für verschiedene Ionen unterschiedlicher Energie zeigt Abb. 7. Die Zahlen an den Kurven geben die relative Zunahme der Strahlenschädigung über die Probendicke an.

3. Um die Handhabung der Probe nach Beendigung der Bestrahlung zu erleichtern, soll ihre Radioaktivität möglichst gering sein. Dies wird erreicht, indem die Bestrahlungsenergie unterhalb oder nicht zu weit über der Schwellenenergie für Kernanregung liegt. Die Schwellenenergie in Nickel liegt für Protonen und Deuteronen bei etwa 5 MeV, für  $\alpha$ -Teilchen bei etwa 10 MeV.

An Hand dieser 3 Kriterien wurden für die Bestrahlungen Deuteronen mit einer Energie von 9 MeV ausgewählt. Der Verlagerungsquerschnitt in Edelstahl vom Typ 316 steigt für diese Teilchen bis zu einer Probendicke von 60  $\mu\text{m}$  linear mit der Eindringtiefe an, sodaß gemäß Punkt 1, durch die Wahl einer mittleren Verlagerungsrate der Einfluß der inhomogenen Schädigung vernachlässigbar ist. Außerdem ist das Verhältnis von Verlustwärmeproduktion zu Schädigungsrate für Deuteronen etwas kleiner als für Protonen und  $\alpha$ -Teilchen. Das Verhältnis von Heliumproduktion zu Strahlenschädigung ist für 9 MeV Deuteronen in Edelstahl vom Typ 316

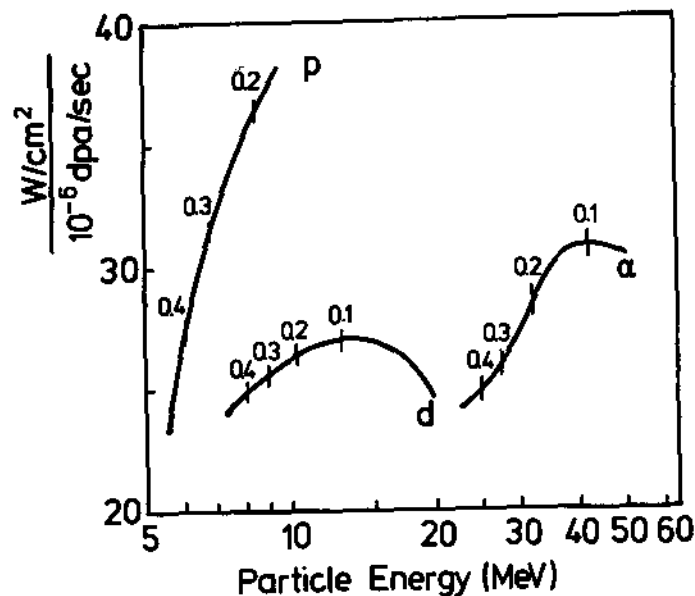


Abb. 7: Verhältnis von Energieverlust der Ionen zu Atomverlagerungsrate in einer 50  $\mu\text{m}$  dicken Edelstahlfolie vom Typ 316 als Funktion der Energie verschiedener Bestrahlungsteilchen /16/

vergleichbar mit dem in Fusionsreaktoren (s. Abb. 5).

#### 4.2 Probenkühlung

Die Erwärmung der Probe infolge des Energieverlustes der Ionen stellt ein großes Problem bei der Durchführung von Simulationsbestrahlungen dar und ist meist derjenige Faktor, der die Verlagerungsrate nach oben begrenzt. Speziell in einem Experiment wie diesem, wo die Kriechdehnung kontinuierlich gemessen werden soll, muß für eine stabile Probenkühlung gesorgt werden, um die Probentemperatur konstant zu halten und damit zu verhindern, daß thermische Längenänderungen der Probe die Messung verfälschen. Wie aus Abb. 7 zu erkennen ist, ist die Wärmeproduktion von Deuteronen in Edelstahl vom Typ 316 der Atomverlagerungsrate ungefähr proportional, wobei der Proportionalitäts-

faktor bei etwa  $2,6 \cdot 10^7 \text{ W cm}^{-2} / \text{dpa sec}^{-1}$  liegt. Bei einer typischen Atomverlagerungsrate von  $10^{-6} \text{ dpa/sec}$  bedeutet dies, daß die Edelfolien von jeder Seite mit  $13 \text{ W/cm}^2$  gekühlt werden muß.

#### 4.2.1 Möglichkeiten der Probenkühlung

Der Wärmeverlust einer dünnen Folie im Vakuum durch Abstrahlung zur Probenkammerwand hin läßt sich nach folgender Gleichung bestimmen:

$$q = \frac{\sigma |T_1^4 - T_2^4|}{\frac{1-\epsilon_1}{\epsilon_1 A_1} + \frac{1}{A_1 F_{12}} + (1-\epsilon_1) \epsilon_2 A_2} \quad (4.7)$$

$\epsilon_1, \epsilon_2$  sind die Emissivität der Probe beziehungsweise der Kammerwand,  $A_1, A_2$  sind die Probenoberfläche beziehungsweise die Kammeroberfläche,  $T_1, T_2$  sind die Temperatur der Probe beziehungsweise der Kammer,  $\sigma$  ist der Boltzmannfaktor.  $F_{12}$  bezeichnet man als den Geometriefaktor zwischen Probenoberfläche und Kammerwand. Unter der Annahme, daß der Abstand zwischen Probe und Kammerwand klein ist gegen die Kammerdimension geht dieser Faktor gegen eins. Da auch  $A_2$  groß gegen  $A_1$  ist, kann für  $A_2$  näherungsweise unendlich eingesetzt werden. Bei einer Probentemperatur von  $300^\circ\text{C}$  beträgt die Wärmeabstrahlung gemäß Gleichung (4.7) sogar mit einem Emissionsfaktor  $\epsilon_1 = 1$  nur etwa  $1 \text{ W/cm}^2$ , was für eine ausreichende Probenkühlung zu gering ist. Die ebenfalls im Vakuum noch vorhandene Wärmeabfuhr aus der Probe durch Wärmeleitung zu den Probeneinspannungen ist schon wegen des geringen Probenquerschnitts vernachlässigbar klein. Selbst bei gut wärmeleitenden Proben, wie z.B. Cu oder Al kommt also eine Wärmeabfuhr durch Wärmeleitung zur Probeneinspannung hin nicht in Frage.

Die höchsten Kühlleistungen lassen sich erzielen, indem die Probe von flüssigem Metall umströmt wird oder indem sie über einen dünnen Flüssigmetallfilm an einen Kühlblock hoher Wärmekapazität thermisch angekoppelt wird. Herschbach und Ehrlich verwendeten

als Kühlmittel flüssiges Natrium, das die Probe umströmte /24/, wobei die Probentemperaturkontrolle unzureichend war und andererseits infolge des Natriums eine hohe Radioaktivität entstand. Zur Kühlung über einen Flüssigmetallfilm benötigt man ein Metall, das einen guten thermischen Kontakt mit der Probe herstellen kann und eine hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt. Außerdem muß es hohen Temperaturen widerstehen können, einen niedrigen Dampfdruck im Vakuum aufweisen und die Bestrahlung unbeschadet überstehen können. Um zu gewährleisten, daß der Metallfilm zwischen Probe und Kühlblock nicht abreißt, muß das Metall eine ausreichende Oberflächenspannung haben, andererseits muß die Viskosität möglichst gering sein, um die Kriechbewegung der Probe nicht zu behindern. Hendrick und Mitarbeiter wählten für diesen Zweck Indium /25/. Der bei dieser Art von Probenkühlung zur Verfügung stehende Temperaturbereich wird nach unten durch den Schmelzpunkt des Metalls und nach oben durch den Dampfdruck sowie die bei Temperaturen über  $400^{\circ}\text{C}$  auftretende Gefahr einer Korrosion der Probe begrenzt /26,27/.

Durch die Verwendung von Gasen, speziell Edelgasen, als Kühlmittel können die erwähnten Probleme umgangen werden. Edelgase eignen sich deswegen besonders, weil sie keine Reaktionen mit der Probenoberfläche eingehen, ihre Löslichkeit in Metallen äußerst gering ist, und sie deshalb das Probenmaterial unverändert lassen. Helium hat gegenüber den anderen Edelgasen den Vorteil höherer Wärmeleitfähigkeit. Da eine Kühlung durch reine Konvektion des Heliums nicht ausreicht, um die anfallende Wärme von der Probe abzuführen, wurde für dieses Experiment eine Form der Kühlung gewählt, bei der Helium mit hoher Geschwindigkeit an der Probe vorbeiströmt, sodaß die entstehenden Turbulenzen zu einer Erhöhung der Kühlleistung beitragen.

#### 4.2.2 Heliumkühlgaskreislauf

Eine schematische Skizze des Heliumgaskühlkreislaufts ist in Abb. 8 zu sehen. Das ganze System ist zum großen Teil aus Edel-

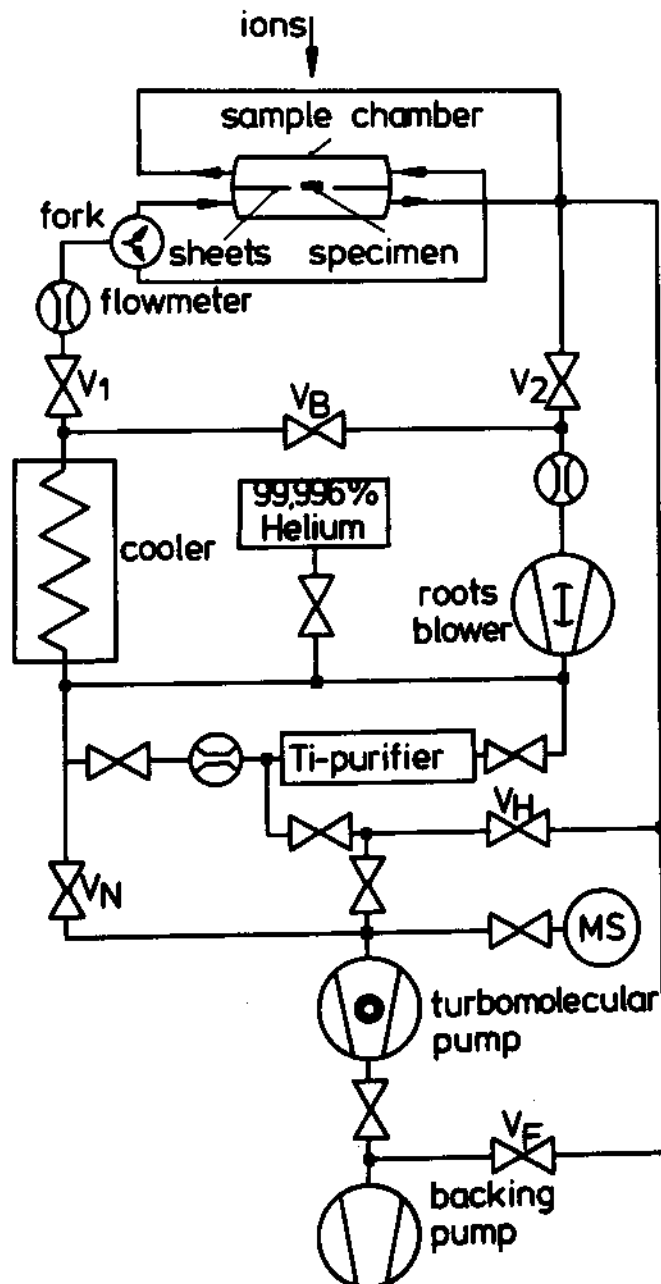


Abb. 8: Schematisches Bild des Heliumkühlgaskreislaufs mit Probenkammer, Gasreiniger und Massenspektrometer

stahlrohren mit einem Durchmesser von 40 mm aufgebaut, die durch Aluminiumdichtringe verbunden sind. Die sonst üblicherweise verwendeten Vitonringe würden infolge der hohen Strahlendosis während der Bestrahlung verspröden und damit ihre Dichtwirkung verlieren. Das Heliumgas wird von einer Rootspumpe umgewälzt, deren Motor gekapselt ist, um die Verunreinigungen des Kühlgases mit Öldämpfen möglichst gering zu halten. Die Pumpe erzeugt eine Druckdifferenz von etwa 53 mbar bei einem Gasdurchsatz von  $150 \text{ m}^3/\text{h}$ . Infolge des Druckabfalls im Kreislauf etwa in den Rohren und Ventilen, speziell aber in der Probenkammer, liegt der typische Gasdurchsatz bei nur  $50 \text{ m}^3/\text{h}$  bei einem Gasdruck von 660 mbar. Diesem Durchsatz entspricht eine Heliumgasgeschwindigkeit an der Probe von 100 m/sec. Falls nötig kann der Gasdurchsatz durch die Probenkammer durch Öffnen eines motorgetriebenen Bypassventils  $V_B$  verringert werden. Die Gasdurchflußmengen werden über den Spannungsabfall an dünnen Platindrähten ( $30 \text{ }\mu\text{m}$  Durchmesser) gemessen, die mit dem strömenden Helium in Kontakt stehen und durch einen konstanten Gleichstrom beheizt werden. Die Gastemperatur wird an verschiedenen Stellen durch Thermoelemente registriert, die an ihrer Spitze kleine Kupferblöcke tragen, um den Wärmeübergang zu verbessern. Das Heliumgas, dessen Temperatur am Ausgang der Rootspumpe bei  $50^\circ\text{C}$  liegt, wird in einem Wasserkühler wieder auf eine konstante Temperatur von  $30^\circ\text{C}$  ( $\pm 0,5^\circ\text{C}$ ) abgekühlt, bevor es erneut an der Probe vorbeiströmt.

Infolge der hohen Neutronen- und Gammastrahlung während des Bestrahlungsexperiments (einige 100 mR/h Gammastrahlung in 2 m Entfernung von der Probenkammer) ist es notwendig, daß alle Pumpen, Ventile und Meßeinrichtungen ferngesteuert werden.

Die Kühlleistung des Gases wird über die elektrische Heizleistung bestimmt, die nötig ist, um die Probe auf einer konstanten Temperatur zu halten. Mit Hilfe eines Infrarotpyrometers kann die Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche untersucht werden. Der Fokus des eingesetzten Pyrometers ist kleiner als 0,5 mm im Durchmesser, sodaß auch in horizontaler Richtung über die



Probenbreite von 2 mm Temperaturunterschiede gemessen werden können. Wenn das Kühlgas an der Probenoberfläche nur von einer Seite kommend tangential vorbeiströmt, so stellen sich schon bei geringen Gasgeschwindigkeiten in horizontaler Richtung große Temperaturgradienten ein (s. Abb. 9). Die Temperaturdifferenz zwischen der luv-Seite der Probe (die Seite, die vom strömenden Helium getroffen wird) und der lee-Seite liegt bei einer mittleren Probentemperatur von  $300^{\circ}\text{C}$  und einer Heliumgeschwindigkeit von 10 m/sec schon bei  $30^{\circ}\text{C}$ . Da das räumliche Auflösungsvermögen des Pyrometers die Messung von Temperaturunterschieden begrenzt, muß angenommen werden, daß der Temperaturunterschied noch weit höher ist. Dieser Gradient steigt langsam mit zunehmender mittlerer Probentemperatur, bleibt aber bei Erhöhung der Gasgeschwindigkeit unverändert.

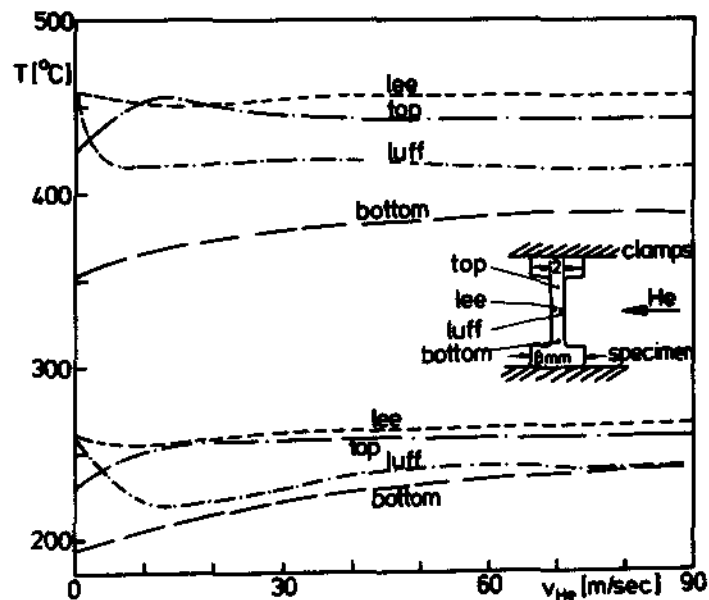


Abb. 9: Temperaturverteilung auf der Probe für verschiedene Heliumgasgeschwindigkeiten und mittleren Probentemperaturen, wenn das Helium die Probe nur von einer Seite anströmt /30/.

Ein Temperaturunterschied besteht auch zwischen dem unteren und dem oberen Ende der Probe. Die Ursache dafür dürfte hauptsächlich in der Konvektion von wärmerem Gas nach oben zu suchen sein. Außerdem könnte eine Rolle spielen, daß der Wärmeübergang an der oberen Probeneinspannung zum Halter hin durch eine isolierende Glimmerplatte (s. Kap. 4.3) behindert wird, während an der unteren Einspannung keine Behinderung des Wärmetransports von Probe zu Halter gegeben ist. Weiter dürfte die Erwärmung des Kupferblöckchens, über das an der oberen Einspannung der Heizstrom in die Probe geleitet wird, zum Temperaturunterschied in vertikaler Richtung beitragen. Dieser vertikale Temperaturgradient wird durch eine erhöhte Gasgeschwindigkeit leicht reduziert, nimmt aber mit steigender Temperatur zu.

Um den Temperaturunterschied in der horizontalen Richtung zu verringern, wird der Heliumgasstrom aufgespalten bevor er in die Probenkammer eintritt (s. Abb. 8). Eine verstellbare Gabel teilt den Gasstrom, der anschließend voneinander entgegengesetzten Seiten in die Probenkammer gelangt. Das aus speziell geformten Düsen herausströmende Helium wird über ein Leitblech so an die Probenoberfläche herangeführt, daß keine zu starke Vermischung mit dem von der anderen Seite kommenden Gas zustande kommt (s. Abb. 10a). Diese Anordnung erhöhte die Kühlleistung leicht, obwohl der Gasdurchsatz um 30% reduziert wird. Durch genaues Justieren der verstellbaren Weiche gelingt es, den horizontalen Temperaturunterschied über die Probenbreite stark zu verringern, wogegen der vertikale Temperaturgradient vollständig erhalten bleibt (s. Abb. 10b). Infolge des nur sehr ungenau bekannten Emissionsfaktors der Probenoberfläche können die gemessenen Temperaturen absolut mit einem größeren Fehler behaftet sein, während die relativen Temperaturunterschiede sehr gut bestimmt werden können.

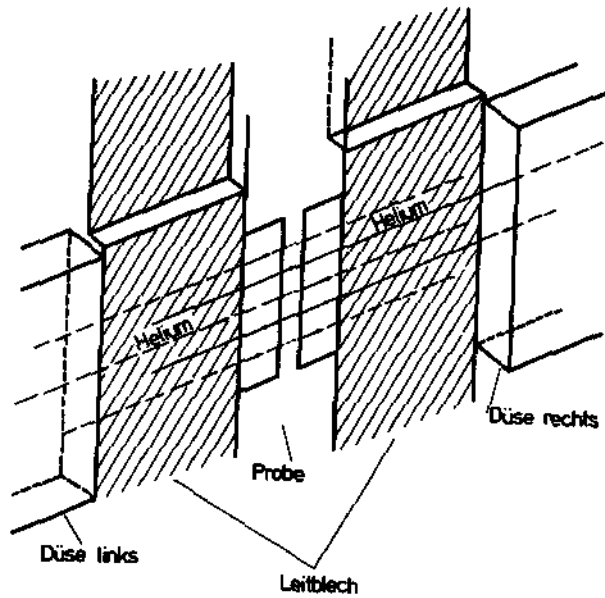


Abb. 10a : Heliumgasführung in der Umgebung der Probe

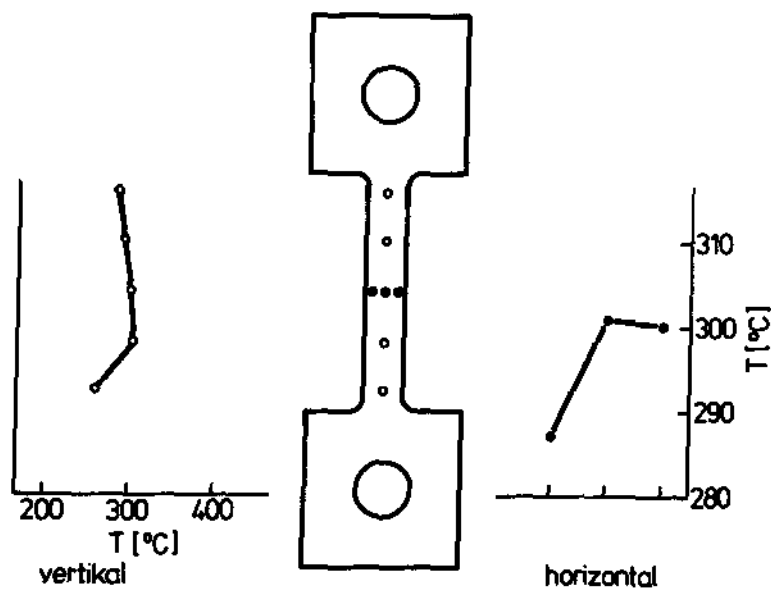


Abb. 10b: Temperaturverteilung auf der Probe bei einer mittleren Temperatur von  $270^{\circ}\text{C}$  und einer Gasgeschwindigkeit von 100 m/sec, wenn das Helium die Probe von zwei entgegengesetzten Richtungen anströmt.

Im Temperaturbereich von 200°C bis 500°C steigt die Kühlleistung linear mit der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Heliumgas an (vgl. Abb. 11a) und zeigt eine parabolische Abhängigkeit von der Gasgeschwindigkeit (vgl. Abb. 11b). Die experimentell gefundenen Werte in Abb. 11 lassen sich näherungsweise durch folgende empirische Gleichung beschreiben:

$$P \text{ (W/cm}^2\text{)} = \frac{\Delta T \text{ [K]}}{28} \left( 1 + \sqrt{\frac{V_{\text{He}} \text{ (m/sec)}}{5}} \right) \quad (4.8)$$

Zum Vergleich sind in Abb. 11 die nach /28/ berechnete Abhängigkeiten der Kühlleistung von der Temperatur der Probe beziehungsweise von der Gasgeschwindigkeit eingetragen. In der Regel bildet sich bei Umströmung einer Folie von der angeströmten Seite der Folie an eine laminare Grenzschicht aus. Nach einer bestimmten Lauflänge der Strömung, die durch die kritische Reynoldszahl bestimmt ist, schlägt die laminare in eine turbulente Strömung um. Diese kritische Reynoldszahl, die unter anderem vom Turbulenzgrad der Zuströmung und von der Rauigkeit der Probenoberfläche abhängig ist, wird für die theoretischen Berechnungen der Kühlleistung mit  $5 \cdot 10^5$  angenommen. Dies würde bedeuten, daß für den Fall der 2 mm breiten Folie auch bei den höchsten Gasgeschwindigkeiten noch eine laminare Grenzschicht auf der Probe vorhanden wäre. Infolge der stumpfen Folienränder und der Turbulenz des zuströmenden Gases (Düsenausgang) bildet sich aber schon bei wesentlich niederen als der kritischen Reynoldszahl keine laminare Grenzschicht über die gesamte Probenbreite aus. Eine Beziehung für den Wärmeübergang zwischen Folienoberfläche und Heliumgas, die auch eine turbulente Grenzschicht mit einschließt, läßt sich für einen großen Bereich von Prandtlzahlen durch die Gleichung

$$Nu_L = \sqrt{Nu_{\text{lam}} + Nu_{\text{turb}}} \quad (4.9)$$

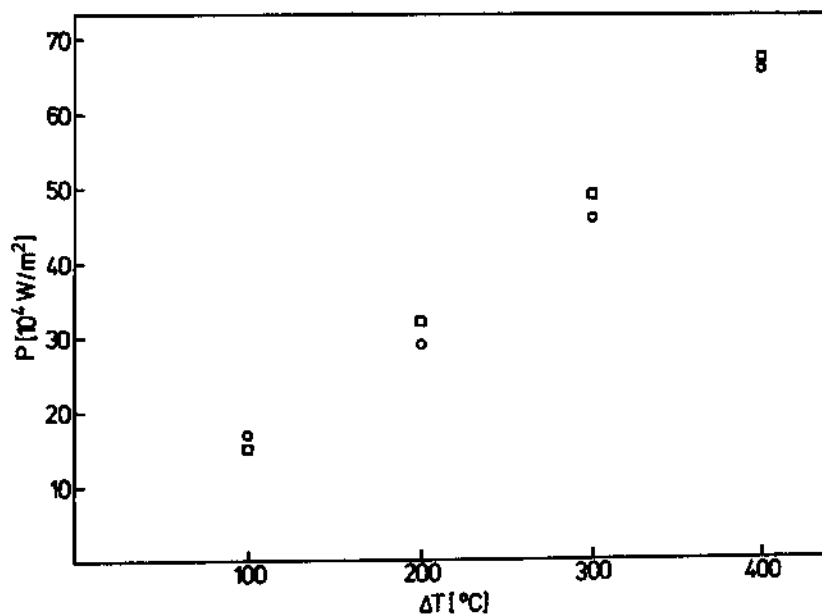
wiedergegeben.  $Nu_{\text{lam}}$ ,  $Nu_{\text{turb}}$  stehen jeweils für die Nusseltzahlen der laminaren und turbulenten Grenzschicht. Diese Gleichung ist gültig für Reynoldszahlen im Bereich von  $10^1 < Re < 10^7$ . Da bei

sehr kleinen Gasgeschwindigkeiten die Reynoldszahl unter  $10^1$  sinkt, wurde für Gasgeschwindigkeiten unterhalb 20 m/sec eine reine laminare Grenzschicht über die gesamte Probenbreite der Rechnung zugrunde gelegt. Aus den Nusseltzahlen läßt sich die Kühlleistung entsprechend folgender Gleichungen bestimmen:

$$Nu = \frac{\alpha l}{\lambda} \quad (4.10)$$

$$\frac{Q}{A} = \alpha \Delta T \quad (4.11)$$

$\alpha$  ist der Wärmeübergangskoeffizient,  $\lambda$  ist die Wärmeleitfähigkeit des Gases,  $l$  ist die Folienbreite und  $\Delta T$  die Temperaturdifferenz zwischen Gas und Probenoberfläche.



**Abb. 11a:** Kühlleistung an der Probe als Funktion der Temperaturdifferenz zwischen Probenoberfläche und Heliumgas  
( $V_{He} = 100$  m/sec)  
○ Experiment  
■ nach /28/ berechnet

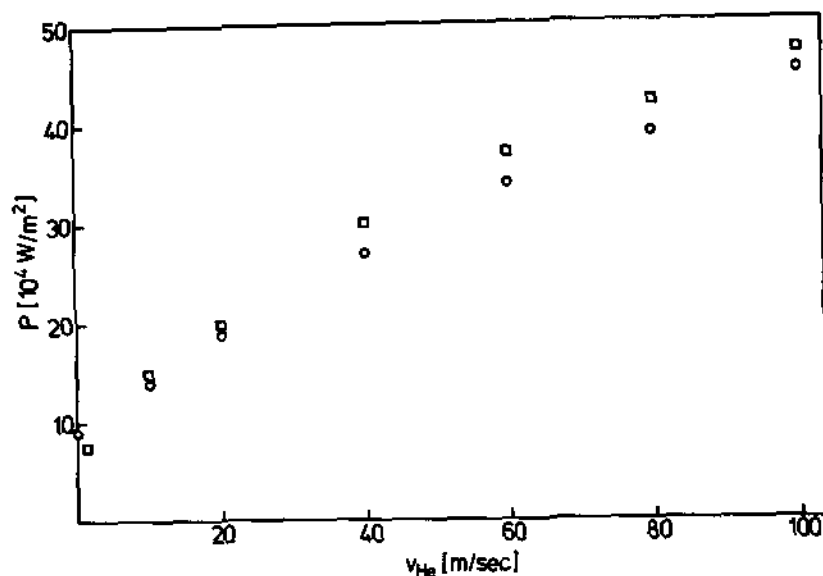


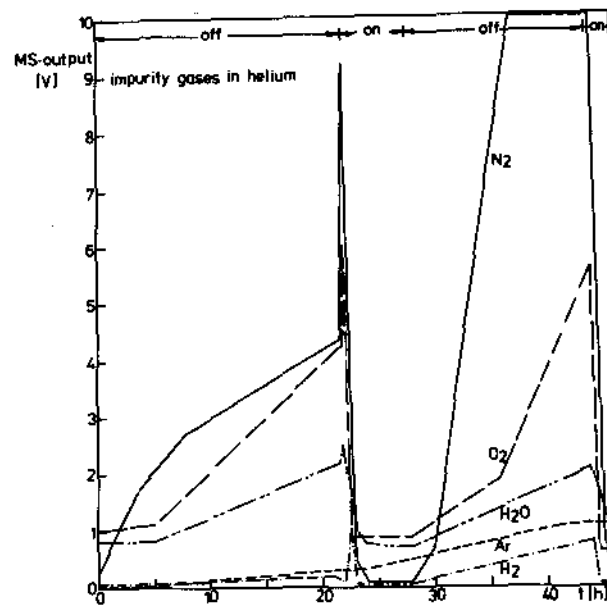
Abb. 11b: Kühlleistung an der Probe als Funktion der Heliumgasgeschwindigkeit ( $aT = 300^{\circ}\text{C}$ )

○ Experiment

■ nach /28/ berechnet

Aus dem Vergleich zwischen maximaler Kühlleistung und dem Energieverlust der Ionen in der Probe läßt sich die bei Bestrahlung mit 9 MeV Deuteronen maximal erzielbare Atomverlagerungsrate bestimmen. Berücksichtigt man, daß zusätzlich zur Strahlheizung auch noch eine ohmsche Heizung der Probe nötig ist, um die Strahlstromschwankungen ausregeln zu können und damit die Probentemperatur konstant zu halten, so ergeben sich maximale Strahlenschädigungen von  $4,3 \cdot 10^{-6}$  dpa/sec bei einer Probentemperatur von  $300^{\circ}\text{C}$  und von  $6,2 \cdot 10^{-6}$  bei einer Probentemperatur von  $400^{\circ}\text{C}$ . Diesen Verlagerungsraten entsprechen Strahlstromstärken von  $50 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  beziehungsweise  $72 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ . Die diesen Stromdichten entsprechenden Strahlströme liegen dicht an der Grenze des Möglichen des Jülicher Kompaktzyklotrons /29/.

Durch Lecks im Kühlkreislauf und durch die Gasabgabe von den Rohrwänden steigt die Verunreinigung des zu Beginn hochreinen Heliums (99,9996%). Diese Verunreinigung mit reaktionsfreudigen Gasen, etwa Sauerstoff, würde zu einer Oberflächenkontamination der Probe führen, falls für eine kontinuierliche Reinigung des Heliumgases nicht gesorgt würde. Das Reinigungssystem besteht einmal aus Titangranulat, das auf etwa 700°C angeheizt wird und Sauerstoff und Stickstoff entfernt, zum anderen aus einem Ofen mit Kupferoxid, um Kohlenwasserstoffe, Wasserstoff und Kohlenmonoxid zurückzuhalten und schließlich aus einem Molekularsieb, um Feuchtigkeit und Kohlendioxid zu entfernen. Mit Hilfe eines Kompressors wird ein Gasdurchsatz durch das Reinigungssystem von 2 m<sup>3</sup>/h erreicht. Als Meßinstrument zur Bestimmung des Grads der Gasverunreinigung dient eine Sauerstoffmeßzelle. Eine Zirkoniumoxidzelle, die auf 700°C aufgeheizt wird, liefert eine Ausgangsspannung, die dem Logarithmus des Verhältnisses der Sauerstoffkonzentration in der Luft zu der im Kühlgas proportional ist. Typische Sauerstoffkonzentrationen während der Bestrahlung liegen bei 1 ppm. Daneben wurde die Wirksamkeit des Gasreinigers mit Hilfe einer Gasanalyse durch ein Massenspektrometer bestimmt. Da die Turbopumpe nur ein Vakuum von 10<sup>-4</sup> bar am Massenspektrometer erzeugen kann und der Betriebsdruck im Massenspektrometer mindestens 10<sup>-7</sup> bar betragen muß, beträgt das Auflösungsvermögen nur 10<sup>-4</sup>. Wie sich jedoch aus Abb. 12 erkennen läßt, stellt die Sauerstoffkonzentration ein gutes Maß für die Gesamtverunreinigung des Kühlgases dar.



**Abb. 12:** Partialdruck verschiedener gasförmiger Verunreinigungen im Helium während der An- bzw. Abschaltphase des Gasreinigers /30/.

#### 4.3 Probertemperaturmessung bzw. -regelung

Die Notwendigkeit einer genauen Probertemperaturmessung bzw. -regelung ergibt sich aus der Tatsache, daß es unmöglich ist, zwischen thermischer Längenänderung der Probe infolge Temperaturfluktuationen und der Kriechdehnung zu unterscheiden, wenn die Dehnung kontinuierlich gemessen wird. Bei Spannungen in der Nähe der Fließspannung liegen die bestrahlungsinduzierten Kriechraten im Falle des Edelstahls vom Typ 316 in der Größenordnung von  $10^{-3}$ /dpa. Da die Atomverlagerungsraten bei Simulationsexperimenten typischerweise im Bereich von  $2-4 \cdot 10^{-6}$  dpa/sec liegen, sollten die auftretenden Kriechdehnungen ungefähr  $2-4 \cdot 10^{-9}$ /sec bzw.  $10^{-5}$ /hr betragen. Tabelle 1 zeigt für Edelstahl vom Typ 316 und für Nickel die Temperaturänderungen der Probe, die eine entsprechende thermische Längenänderung von  $10^{-5}$  hervorrufen. Wie aus dieser Zusammenstellung zu erkennen ist, muß die Probertemperatur auf wenige Zehntelgrade gemessen und



auch konstant gehalten werden, um Kriechdehnungen in der Größenordnung von  $10^{-5}$ /hr innerhalb einer angemessenen Meßzeit auflösen zu können.

Metall	Temperaturänderung ( $^{\circ}\text{C}$ ) bei einer Probentemperatur von ( $^{\circ}\text{C}$ )			
	0,00	150,00	300,00	500,00
Nickel	0,75	0,7	0,65	0,60
SS-316	0,65	0,58	0,53	0,47

Tabelle 1: Temperaturänderung der Probe, die eine Längenänderung der Probe von  $10^{-5}$  verursacht für verschiedene mittlere Probentemperaturen /31/.

Ein anderer Grund für die Notwendigkeit einer genauen Probentemperaturkontrolle liegt in der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse. Während bei niederen Temperaturen das bestrahlungsinduzierte Kriechen überwiegt, das nur schwach temperaturabhängig ist, tritt mit steigender Temperatur das thermische Kriechen immer mehr in den Vordergrund, das stark von der Temperatur abhängt. Deshalb können leicht unterschiedliche Temperaturen im Bereich des thermischen Kriechens zu großen Differenzen in den während der Bestrahlung gemessenen Kriechraten führen.

Würde man die Temperatur und die Kriechdehnung gleichzeitig messen, so wäre es im Prinzip möglich, die Temperaturschwankungen rechnerisch zu eliminieren. Dagegen spricht die Komplexität einer solchen Rechnung. Außerdem ist bei hohen Temperaturen immer eine ohmsche Heizung notwendig, da die Strahlheizung der Probe nicht ausreicht, sodaß es bei Strahlstromspitzen zu überhöhten Temperaturen und damit eventuell zum Überschreiten der Fließ- oder sogar der Bruchspannung kommen könnte, falls eine entsprechende Regelung den Anteil der ohmschen Heizung nicht reduziert. Deshalb ist eine Temperaturregelung einer reinen Temperaturmessung vorzuziehen.

#### 4.3.1 Probentemperaturmessung

Gegen die Verwendung von Thermoelementen zur Bestimmung der Probentemperatur sprechen mehrere Gründe:

1. Um die Beeinträchtigung der Probe möglichst gering zu halten, müssen sehr dünne Thermodrähte verwendet werden, die getrennt durch Punktschweißen auf der Probenoberfläche fixiert werden. Die Isolierung und Kontaktierung von solchen dünnen Drähten ist äußerst mühsam, da sie leicht brechen können. Außerdem kommt es durch das Punktschweißen zum lokalen Tempern, wodurch Gefügeänderungen stattfinden können. Bei der Zahl der benötigten Temperaturmeßpunkte würde es sicherlich zu einer Beeinflussung der Kriechratenmessung kommen.
2. Um die Temperatur der bestrahlten Probe zu messen, müssen die Thermodrähte in den Probenteil plaziert werden, der vom Ionenstrahl getroffen wird. Der Deuteronenstrahl kann aber große Temperaturgradienten entlang der Thermodrähte erzeugen, die bei Inhomogenitäten in den Thermodrähten zu Meßfehlern führen.
3. Durch Veränderung des Isolationswiderstands zwischen den Thermodrähten können Meßfehler durch Nebenschlüsse auftreten /32/. Dieser Effekt wird jedoch durch den auch während der Bestrahlung hinreichend hohen Isolationswiderstand des Heliumkühlgases verringert.
4. Während der Bestrahlung kann es zu einer Strukturveränderung oder Umwandlung von Elementen in den Thermodrähten kommen, was sich in einer Dekalibrierung der Thermodrähte bemerkbar macht.
5. Da die Thermodrähte im allgemeinen gute Wärmeleiter sind, entstehen an den Kontaktierungspunkten mit der Probenoberfläche lokale Wärmesenken. Infolge der geringen Wärmekapazität der Probe stellen sich an diesen Punkten niedrigere Temperaturen ein als in anderen Probenteilen.

Eine weitere Möglichkeit die Probentemperatur zu bestimmen, ist die Infrarotpyrometrie. Pyrometer messen die von der Probe ausgesandte elektromagnetische Strahlung, um ihre Temperatur zu eruieren. Gemäß dem Stefan-Boltzmann-Gesetz gilt für die spezifische Abstrahlung

$$M = \epsilon(2\pi, T) \sigma T^4 \quad (4.12)$$

wobei  $\epsilon(2\pi, T)$  der totale Emissionsfaktor der Probe bei der Temperatur  $T$  ist und  $\sigma$  der Stefan-Boltzmann Faktor. Unter zu Hilfenahme einer Näherung, bekannt als Wiensches Gesetz, läßt sich die Probentemperatur in folgender Weise darstellen

$$T = \left| \frac{1}{T_a} + \frac{\lambda}{C_2} \ln \epsilon(\theta, \lambda) \right|^{-1} \quad (4.13)$$

wobei  $T_a$  die Temperatur ist, die sich für  $\epsilon = 1$  ergibt, und  $C_2$  die zweite Strahlungskonstante ( $1,4388 \cdot 10^{-2}$  mK). Der Vorteil der Infrarotpyrometrie liegt vor allem in der berührungslosen Temperaturmessung. Außerdem kann durch die Wahl unterschiedlicher Objektive der Bereich variiert werden, über den die Temperatur gemittelt wird. Schwierig ist jedoch die Bestimmung des Emissionsfaktors der Probenoberfläche. Er hängt nicht nur von der Zusammensetzung der Probe ab, sondern auch von der Oberflächenbeschaffenheit, d.h. der Rauheit und einem eventuellen Oxidbelag. Außerdem geht die Abstrahlungsrichtung und die Wellenlänge mit ein, bei der gemessen wird. Eine Oxidation der Probe (durch Restsauerstoff im Kühlgas) oder ein Ölfilm auf der Probenoberfläche (durch kleine Öllecklagen der Pumpen) führt zu einer Veränderung des Emissionsgrades während des Experiments und damit zu einer ungenauen Probentemperaturmessung. Zusätzlich ist noch die Durchlässigkeit des Heliumgases und des Beobachtungsfensters zu berücksichtigen. Die Genauigkeit herkömmlicher Infrarotpyrometer liegt im Bereich von  $200^\circ\text{C}$ - $500^\circ\text{C}$  typischerweise bei  $\pm 1^\circ\text{C}$ .

Im Gegensatz dazu geben McElroy und Mitarbeiter an, mit Hilfe eines stickstoffgekühlten Infrarotpyrometers die Probentemperatur bei  $500^{\circ}\text{C}$  auf  $0,2^{\circ}\text{C}$  genau messen und regeln zu können /21/. Dazu wurde die Probe voroxidiert, um eine Änderung des Emissionsfaktors während der Bestrahlung zu vermeiden. Oberflächenoxide scheinen aber einen Einfluß auf das Kriechverhalten zu haben, speziell bei dünnen Proben /33/.

Die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes kann ebenfalls zur Probentemperaturmessung herangezogen werden. Neben der Abhängigkeit von der Temperatur ändert sich der Widerstand auch noch mit der Probengröße, der Kriechdehnung und der Strahlenschädigung sowie beim Aufheizen der Probe. Zusätzlich können elektrische Nebenschlüsse die Widerstandsbestimmung beeinflussen. Aus Tabelle 2, in der die Widerstandsänderung eingetragen ist, die bei einer Längenänderung von  $10^{-5}$  auftritt, läßt sich ersehen, daß die Probenwiderstandsbestimmung auf  $10^{-4}$  genau sein muß, um ein Auflösungsvermögen von  $10^{-5}$  für Kriechdehnungen zu erreichen. Die

Metall: SS-316

Temperatur ( $^{\circ}\text{C}$ )	20	150	300	500
Gesamtwiderst. ( $\text{m}\Omega$ )	88,2	99,36	109,65	121,79
Wid.-Änderung ( $\mu\Omega$ )	58,74	57,63	36,82	29,64

Metall: Nickel

Gesamtwiderst. ( $\text{m}\Omega$ )	8,11	15,33	26,45	40,2
Wid.-Änderung ( $\mu\Omega$ )	37,46	56,48	78,04	28,34

Tabelle 2: Gesamtwiderstand einer Probe und Widerstands-Änderung, um eine Längenänderung der Probe von  $10^{-5}$  zu bewirken.

Werte für den spezifischen Widerstand wurden einerseits /34/ entnommen (Edelstahl 316), andererseits stammen sie aus /35/ (Nickel).

Der Probenwiderstand ändert sich während des Kriechens infolge der Änderungen der Probenlänge und des Probenquerschnitts. Unter der Annahme einer elastischen Dehnung  $e$  ergibt sich für den Probenquerschnitt  $A$  als Funktion des ursprünglichen Querschnitts  $A_0$

$$A = A_0 (1 - \nu e)^2 \quad (4.14)$$

wobei  $\nu$  die Poisson'sche Zahl ist. Daraus läßt sich für den Probenwiderstand schreiben

$$R = \frac{\rho L_0}{A_0} \frac{(1+e)}{(1-\nu e)^2} \quad (4.15)$$

Durch Differentiation nach der elastischen Dehnung  $e$  ergibt sich die Änderung des Probenwiderstandes mit der Dehnung

$$R'_e = \frac{\rho L_0}{A_0} \frac{(1+2\nu+e)}{(1-\nu e)^2} \quad (4.16)$$

Für kleine Dehnungen, wie sie im Falle des Bestrahlungskriechens zu erwarten sind, ist  $e \ll 1$ , sodaß für die Empfindlichkeit des Probenwiderstandes gegenüber Kriechdehnungen geschrieben werden kann

$$\frac{R'_e}{R} = 1+2\nu \quad (4.17)$$

Da die Regelung versuchen wird, den Gesamtwiderstand konstant zu halten, führt die Widerstandsänderung infolge Probendehnung zu einer entsprechenden Temperaturänderung

$$dR = \frac{\partial R}{\partial T} dT + \frac{\partial R}{\partial e} de = 0 \quad (4.18)$$

$$dT = \frac{-R \left( \frac{R'_e}{R} \right) de}{\frac{\partial R}{\partial T}} \quad (4.19)$$

Die Temperaturänderung bewirkt wiederum eine Längenänderung, sodaß die tatsächlich gemessene Längenänderung  $dL_m$  sich zu

$$dL_m = \frac{dL}{dT} dT + L de \quad (4.20)$$

$$dL_m = \left( \frac{-R \left( \frac{R'_e}{R} \right) \frac{dL}{dT}}{\frac{\partial R}{\partial T}} + L \right) de \quad (4.21)$$

ergibt. Der Meßfehler für die Bestimmung der Kriechdehnung infolge der Änderung des Probenwiderstandes mit der Probendehnung läßt sich deshalb folgendermaßen berechnen

$$F_e = -R \left( \frac{R'_e}{R} \right) \frac{dL}{dT} / \frac{\partial R}{\partial T} L \quad (4.22)$$

Den prozentualen Fehler erhält man aus folgender Beziehung

$$F_e = - \left( \frac{R'_e}{R} \right) \cdot 10^{-3} / \frac{\Delta R}{R} \text{ (in \%)} \quad (4.23)$$

Die zu einer Längenänderung  $\Delta L/L$  von  $10^{-5}$  notwendige Widerstandsänderung  $\Delta R$  läßt sich Tabelle 2 entnehmen. Für Edelstahl vom Typ 316 ergibt sich so bei einer Temperatur von  $300^\circ\text{C}$  ein Meßfehler in der Kriechdehnung von etwa 4%.

Weitere Änderungen des Probenwiderstands können infolge Strahlenschädigung und beim Tempern auftreten. Wie aus /36/ hervorgeht, nimmt der spezifische Widerstand von Eisen bei einer Änderung der Versetzungsdichte von  $10^{10} \text{ cm}^{-2}$  um  $2 \cdot 10^{-2} \mu\Omega\text{cm}$  zu oder ab. Da die Stapelfehlerenergien in Legierungen niedriger sind als in Reinstmetallen und die Versetzungen daher ausgedehnter sein können, kann man annehmen, daß der Einfluß von Versetzungen auf den elektrischen Widerstand in Legierungen größer ist als in Reinstmetallen. Das Tempern einer 20% kaltbearbeiteten Probe aus Edelstahl vom Typ 316 über 3600 Stunden bei  $450^\circ\text{C}$  führt zu einer Reduktion der Versetzungsdichte um  $1 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  /37/. Unter der Annahme eines gegenüber Eisen um den Faktor 10 er-

höhten spezifischen Widerstand pro Versetzung würde dieses Tempern zu einer Abnahme des elektrischen Widerstands um ungefähr 3% führen. Dieser Wert stimmt mit den in /31/ ermittelten für das Tempern von Edelstahl vom Typ 316 bei Temperaturen von  $400^{\circ}\text{C}$ - $600^{\circ}\text{C}$  überein. Außerdem wird in /31/ gezeigt, daß die Reduktion des Widerstands schon zur Gänze in den ersten Minuten des Aufheizens vorsichgeht, sodaß diese Widerstandsänderung auf eine Temperaturmessung keinen Einfluß hat. Entsprechend den Ergebnissen von Brager und Mitarbeitern wird bei Neutronenbestrahlung bei  $500^{\circ}\text{C}$  die Versetzungsdichte von 20% kaltbearbeitetem Edelstahl vom Typ 316 innerhalb einer Gesamtstrahlendosis von 1,5 dpa um  $2,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  reduziert. Für die Simulationsexperimente mit einer typischen Strahlenschädigung von  $10^{-2} \text{ dpa/hr}$  bedeutet dies eine Proben temperaturänderung von  $0,2^{\circ}\text{C/h}$ . Der entsprechende Meßfehler für die Bestimmung der Kriechdehnung liegt bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben bei etwa 4%. Da in dieser Abschätzung etwa Versetzungsringe nicht berücksichtigt sind, deren Dichte nach /37/ mit zunehmender Strahlenschädigung ansteigt, dürfte der tatsächliche Meßfehler infolge des Einflusses der Strahlenschädigung auf den Widerstand noch geringer sein.

Wie die folgende Abschätzung zeigt, beeinflußt die Ionisation des Heliums durch den Deuteronenstrahl den Probenwiderstand nur in vernachlässigbarer Art und Weise. Unter der Annahme, daß es im Helium zu keiner Rekombination der Ionen mit den Elektronen kommt, fließt bei einer Strahlenstromdichte von  $40 \mu\text{A/cm}^2$  im Gas ein Ionisationsstrom von ungefähr 2 mA, sowohl vor als auch hinter der Probe. Bei einem typischen Spannungsabfall von 1 V an der Probe ergibt sich ein Widerstand des Heliumgases von  $5 \cdot 10^2 \Omega$ , der jeweils parallel zum Probenwiderstand liegt. Dadurch wird der Probenwiderstand um etwa  $5 \cdot 10^{-4}$  verändert. Da jedoch erwartet werden kann, daß 90% der Gasionen wieder rekombinieren, dürfte die Probenwiderstandsänderung noch weit unter dem obigen Wert liegen.

Weitere Fehlerquellen der Messung und der Regelung der Proben-temperatur über den Probenwiderstand gründen auf der Tatsache, daß über den Widerstand nur eine gemittelte Probentemperatur gemessen werden kann. Etwaige Änderungen der Temperaturverteilung auf der Probe, die auch ohne Änderung des gemessenen totalen Probenwiderstands auftreten und zu thermischen Längenänderungen der Probe führen können, werden nicht erfaßt. Die Tatsache, daß die Einspannvorrichtungen der Probe an beiden Enden etwa 0,7 mm von den Punkten entfernt sind, zwischen denen der Widerstand gemessen wird (vgl. Abb. 17), kann ebenfalls zu Meßfehlern führen, wenn diese restlichen Probenteile einer thermischen Ausdehnung oder gar einem thermischen Kriechen unterliegen. Temperaturschwankungen von  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  in diesem Bereich reichen aus, um die gemessene Probenlänge um einen Faktor  $10^{-5}$  variieren zu lassen.

Abschließend läßt sich über die Möglichkeiten der Bestimmung der Probentemperatur sagen, daß zwar keine Art vollkommen ist, daß aber die Temperaturmessung über den Probenwiderstand noch die relativ genaueste und auch am einfachsten durchzuführende ist. Außerdem, und das ist wegen der geringen Zeitkonstante der Probe von besonderer Bedeutung, reagiert der Widerstand beziehungsweise die zu seiner Bestimmung notwendigen Meßinstrumente schneller auf Probentemperaturveränderungen als Thermoelemente oder Infrarotpyrometer.

#### 4.3.2 Probentemperaturregelung

Um die Strahlstromschwankungen auszugleichen, die auch bei einer konstanten Kühlleistung zu Probentemperaturvariationen führen, wird eine Regeleinheit eingesetzt, die die Probentemperatur auf einem konstanten Wert halten soll. Die Probentemperatur wird dabei über die Messung des elektrischen Widerstands kontrolliert. Die Regeleinheit, deren schematisches Bild in Abb. 13 zu sehen ist, hält den Probenwiderstand auf gleichbleibendem Niveau, indem sie den Heizstrom durch die Probe regelt. Der Heizstrom  $I$  durch die Probe (Widerstand  $R_x$ ) wird von einem steuerbaren Netzgerät



geliefert und über den Spannungsabfall an einem Normalwiderstand (Widerstand  $R_N = 0,4 \Omega$ ) gemessen. Die beiden Spannungen an der Probe und am Normalwiderstand werden über 2 Trennverstärker einem Analogdividierbaustein zugeführt. Die Trennverstärker sorgen für eine galvanische Trennung der Dividierereingänge, die notwendig ist, da die beiden Eingangsspannungen an verschiedenen Stellen im Stromkreis gemessen werden und es daher nicht möglich ist, sie auf ein gemeinsames Potential zu beziehen. Nach der galvanischen Trennung können die beiden Signale sekundärseitig auf ein gemeinsames Potential gelegt werden. In den Trennverstärkern erfolgt eine 1:1 Übertragung. Der Analogdividierer liefert am Ausgang ein dem Probenwiderstand und damit der Proben temperatur proportionales Signal. Dieses Ausgangssignal wird mit einer dem gewünschten Probenwiderstand entsprechenden Spannung verglichen und die Abweichung in einem PID (Proportional-Integral-Differential)-Regler verstärkt. Das Ausgangssignal des Reglers dient als

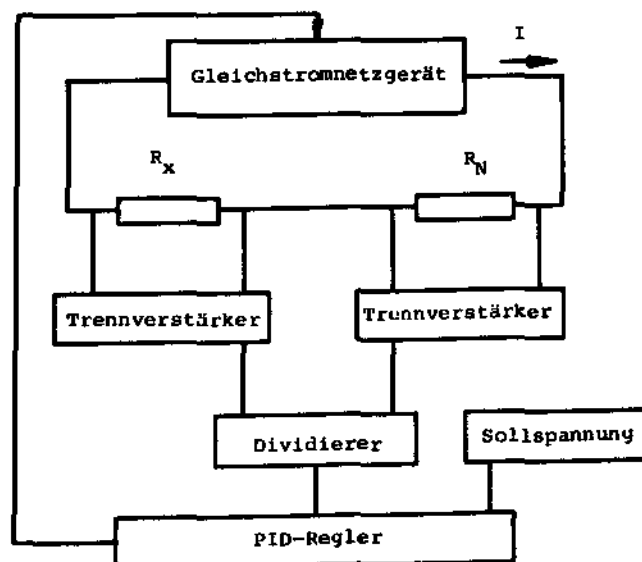


Abb. 13: Schematisches Bild der Proben temperaturkontrolleinheit

Steuersignal des Netzgeräts. Gegenüber einer reinen Operationsverstärkerschaltung hat der PID-Regler einige entscheidende Vorteile. Den Operationsverstärker kann man als reinen P-Regler betrachten, der zwar bei Regelabweichungen schnell eingreift, aber den Nachteil hat, die Regelabweichung nicht vollständig zu beseitigen. Der PID-Regler bewirkt einerseits ein vollständiges Verschwinden der Regelabweichung (I-Anteil), andererseits wird durch den D-Anteil das langsame Eingreifen des I-Anteils ausgeglichen. Abb. 14 zeigt das Verhalten eines P, PI, PID-Reglers im Falle einer Regelabweichung. Für den Fall der Proben temperaturregelung entspricht der Stellgröße die Steuerspannung für das Netzgerät, der Regelgröße der Probenwiderstand.

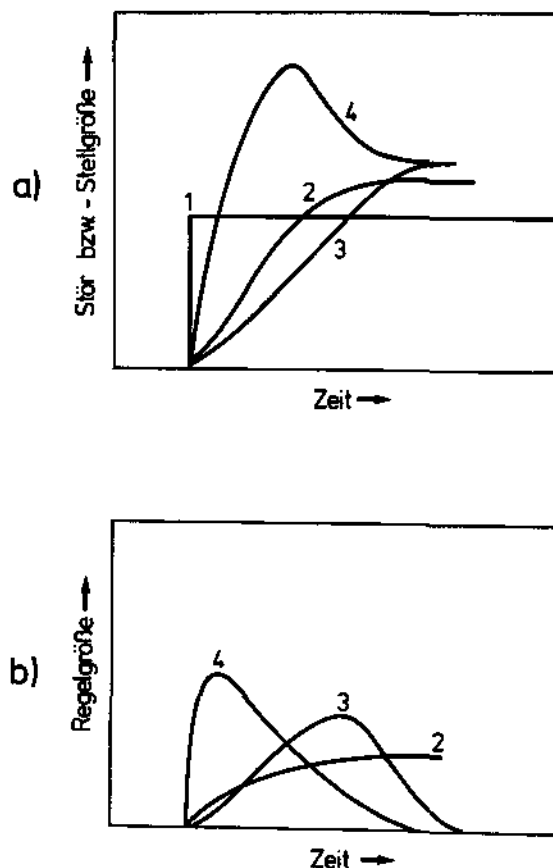


Abb. 14a: Störgrößenverlauf (1), Stellgrößenverlauf für P(2), PI(3), und PID-Regler (4)

Abb. 14b: entsprechender Regelgrößenverlauf (2,3,4)

Wie aus Tabelle 2 hervorgeht, ist es notwendig, den Probenwiderstand auf etwa  $3 \cdot 10^{-4}$  konstant zu halten, um ein Auflösungsvermögen für Kriechdehnungen von  $10^{-5}$  zu erzielen. Aus diesem Grund sollten alle Bausteine der Regeleinrichtung ebenfalls auf mindestens  $3 \cdot 10^{-4}$  konstant sein. Der Normalwiderstand befindet sich in einem thermostatisierten Wasserbad, um seine Stabilität auf  $10^{-4}$  zu halten. Die Trennverstärker besitzen eine Offsetspannung von etwa 0,1 mV, was bei den während des Experiments auftretenden Eingangsspannung im Voltbereich einen Fehler von  $10^{-4}$  ergibt. Der Verstärkungsfehler der Trennverstärker wird mit kleiner als  $10^{-3}$  angegeben. Durch eine externe Beschaltung des Analogdividierers mit Trimmwiderständen läßt sich der Dividierfehler ebenfalls auf  $2-3 \cdot 10^{-4}$  reduzieren. Der Einsatz von hochstabilen Operationsverstärkern und von Temperaturkompensationsschaltungen im PID-Regler ermöglicht es, den Verstärkungsfehler auf  $5 \cdot 10^{-4}$  zu verkleinern.

Bei konstantem Heizstrom durch die Probe, d.h. ohne zusätzliche Strahlheizung oder mit konstantem Strahlstrom gelingt es der Regeleinheit, den Probenwiderstand auf ungefähr  $10^{-4}$  konstant zu halten /30/. In Edelstahl vom Typ 316 entspricht dies einer Temperaturstabilität von  $0,17^{\circ}\text{C}$ . Die Widerstands- bzw. Temperaturschwankungen verstärken sich um einen Faktor 2, wenn der Strom durch die Probe sich stark verändert. Dies ist einerseits beim Ein- und Ausschalten des Deuteronenstrahls und andererseits bei starken Strahlstromschwankungen der Fall. Die Ursache für dieses Verhalten liegt in der endlichen Steilheit der Kennlinien der eingesetzten Operationsverstärker und des Gleichstromgeräts sowie in der Nichtlinearität der Trennverstärker und des Analogdividierers. Zusätzlich zur Schwankung des Probenwiderstands wird die Messung der Kriechdehnung auch durch eine Instabilität des induktiven Wegaufnehmers beeinflusst, der zur Bestimmung der Probenlänge zum Einsatz kommt. (s. Kapitel 4.4). Die Langzeitstabilität des Ausgangssignals des Wegaufnehmers liegt bei  $10^{-5}$ , was einer Variation in der Probenlänge (bei den gewählten Probendimensionen) von  $0,1 \mu\text{m}$  oder einer Probentemperaturschwankung von  $0,56^{\circ}\text{C}$  entspricht.

Während also die Fluktuation des Probenwiderstands nur einen Beitrag von maximal  $0,35^{\circ}\text{C}$  zur Instabilität der Probertemperatur liefert, geht der Hauptanteil auf die Nullpunktsdrift des induktiven Wegaufnehmers zurück. Indem die Temperatur des Wegaufnehmers ebenfalls auf einem konstanten Niveau gehalten wird, kann der Einfluß der Nullpunktsdrift auf die gemessene Kriechdehnung so reduziert werden, daß der entsprechende Meßfehler auf unter  $10^{-5}$  verringert wird.

Zum Abschluß dieses Kapitels sollen in Tabelle 3 die unterschiedlichen experimentellen Einrichtungen verschiedener Laboratorien zur Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens zusammengefaßt werden

Experiment	Probenkühlung	Temp.-Messung	Temp.-Regelung
KFA-Jülich	strömendes Helium 100 m/sec	Widerstand (+Pyrometer)	Gleichstrom durch Probe
HEDL-Washington	strömendes Helium 110 m/sec	Referenzprobe (nicht im Strahl)	Gastemperatur
ORNL-Oak-Ridge	Heliumkonvektion (+Wärmeleitung)	Widerstand (+Pyrometer +Thermoelement)	Wechselstrom durch Probe
AERE-Harwell	Heliumkonvektion	Pyrometer	Gleichstrom
Lowell-Techn.-MIT	Indiumfilm auf Kühlblock	Thermoelement auf Kühlblock	Heizer auf Kühlblock
NRL-Washington	Indiumfilm auf Kühlblock	Thermoelement auf Kühlblock	Heizer auf Kühlblock

Tabelle 3: Experimentelle Einrichtungen verschiedener Laboratorien zur Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens

#### 4.4 Probenhalter

Der Probenhalter hat die Aufgabe die Last auf die Probe zu übertragen, für die axiale und laterale Ausrichtung der Probe zu sorgen, die Zu- und Abführung des Heizstroms zu gewährleisten und schließlich das Dehnungsmeßsystem zu tragen. Die wesentlichen Merkmale des Probenhalters lassen sich an Hand von Abb. 15 erkennen.

Die Probe ist an ihrem unteren Ende direkt am Probenhalter befestigt, ihr oberes Ende ist auf einer Platte fixiert, die sich zwischen zwei linearen Rillenkugellagern reibungsfrei in axialer Richtung bewegen kann. Die Fixierung der Probe erfolgt durch das Anpressen der Folie auf den Halter beziehungsweise die Platte durch jeweils einen kleinen Invarblock. Die dabei entstehende Reibung reicht aus, um ein Rutschen der Probe in der Halterung unter dem im Verlauf des Experiments aufgebrachten Zugspannungen zu verhindern. Mit Hilfe der beiden Bohrungen in der Folie (s. Kapitel 4.7 und Abb. 17) und jeweils eines Zentrierstifts im Halter bzw. der beweglichen Platte läßt sich die Probe genau in axialer Richtung einbauen.

Die für eine bestimmte Zugspannung an der Probe notwendige Last wird durch eine Zugfeder aufgebracht. Da die Kriechexperimente unter einer konstanten Spannung durchgeführt werden sollen, ist zu berücksichtigen, daß sich mit einer Längenänderung der Probe auch die durch die Feder aufgebrachte Last verändert. Die Federkonstante von 0,7 kp/mm reicht jedoch aus, um den Einfluß der Probentemperaturänderung auf die Last auf unter  $2 \cdot 10^{-4} / ^\circ\text{C}$  zu beschränken. Da die maximal zu erwartenden Gesamtdehnungen auf Grund des bestrahlungsinduzierten Kriechens in der Größenordnung von  $10^{-3}$  liegen, wird die Last während eines Kriechexperiments um höchstens  $7 \cdot 10^{-3}$  kp reduziert. Da die Last bei den einzelnen Versuchen immer im Bereich von Kilopond liegt, kann die Zugspannung daher als konstant angesehen werden. Die Last wird von der Feder über eine Zugstange auf die bewegliche Platte und damit auf die Probe übertragen. Bei der Bestimmung

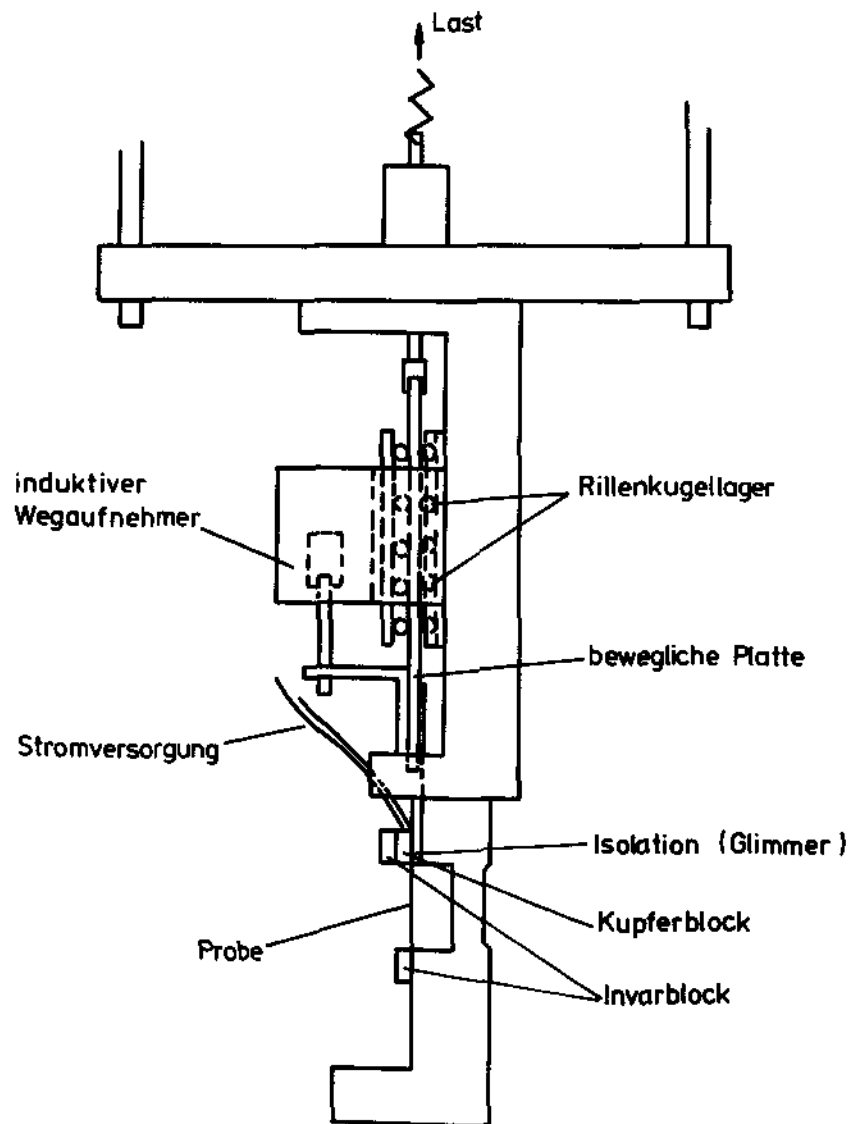


Abb. 15: Schematisches Bild des verwendeten Probenhalters

der Last muß auch das Eigengewicht der Zugstange, der Platte und der oberen Probeneinspannung, die zusammen ein Gewicht von 50 p haben, einkalkuliert werden. Gemessen wird die Last mit Hilfe einer Lastmeßzelle.

Eine Längenänderung der Probe wird auf die bewegliche Platte übertragen, mit der der Tauchanker eines induktiven Wegaufnehmers verbunden ist. Die Lagerung der Platte zwischen den beiden Rillenkugellagern verhindert ein Verkippen aus der axialen Richtung heraus. Da der Tauchanker eine Kippbewegung der Platte mitmachen würde, könnte eine freie Lagerung der Platte zu großen Ungenauigkeiten in der Dehnungsmessung führen. Um thermische Längenänderungen des Probenhalters zu verringern, die eine Dehnung der Probe vortäuschen würden, ist der gesamte Probenhalter aus Invar gefertigt, dessen thermischer Ausdehnungskoeffizient bei  $4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  liegt. Da auch thermische Längenänderungen des Tauchankers zu Meßfehlern führen würden, sitzt außerdem der ferromagnetische Kern an seiner Spitze auf einem Quarzröhrchen. Der Spulenkörper des induktiven Wegaufnehmers ist in einen Metallblock eingebaut, dessen Temperatur geregelt wird, um die Nullpunktsdrift des Wegaufnehmers zu verringern (s. Kapitel 4.3.2). Das maximale Auflösungsvermögen des Wegaufnehmers liegt bei  $10^{-5}$  mm, was einer Dehnung der Probe von  $10^{-6}$  entsprechen würde.

Lastmeßzelle und Wegaufnehmer sind jeweils an einen 5 kHz Trägerfrequenzmeßverstärker angeschlossen. Die beiden Meßspulen in der Lastmeßzelle bzw. dem Wegaufnehmer bilden zusammen mit zwei Präzisionswiderständen im Verstärker eine Wheatstonbrücke. Die durch die Bewegung des ferromagnetischen Kerns relativ zu den Meßspulen erzeugte Verstimmung dieser Brücke ist jeweils der Längenänderung oder der Laständerung proportional und wird verstärkt am Ausgang des Meßverstärkers als Meßsignal zur Verfügung gestellt. Über ferngesteuerte Motoren kann einerseits die Last verändert werden, andererseits kann der Spulenkörper des Wegaufnehmers relativ zum Tauchanker verfahren werden, um zu gewährleisten, daß immer im günstigsten Meßbereich gearbeitet wird.

Die Zuführung des Heizstroms erfolgt über einen kleinen Kupferblock in der oberen Probeneinspannung. Da der Strom über den Halter zurückfließt, muß die Probe an der oberen Einspannung durch ein Glimmerplättchen vom Probenhalter elektrisch isoliert werden (s. Abb. 15).

#### 4.5 Strahlführung und Strahlstrommessung

Die Bestrahlungsexperimente werden am Jülicher Kompaktzyklotron durchgeführt. Da hier nur auf die das Experiment betreffende Strahlführung eingegangen werden soll, sei für die Beschreibung des Zyklotrons selbst auf die Literatur verwiesen /29/.

Am Ende des Zyklotronstrahlrohres passiert der Ionenstrahl ein Schnellschlußventil, daß große Luft- oder Gaseinbrüche ins Zyklotron verhindern soll. Anschließend trifft der Strahl auf eine Justierblende und in weiterer Folge auf einen wassergekühlten Strahlstopper (s. Abb. 16). Die Blende besteht aus 4 gegeneinander um  $90^\circ$  versetzten, wassergekühlten Aluminiumklötzen, die untereinander und gegen das Strahlrohr elektrisch isoliert sind, sodaß der auf sie auftreffende Strahlstrom gemessen werden kann. Die Justierung des Ionenstrahls erfolgt nun in der Art, daß unter Beibehaltung des an der Justierblende eingestellten Strahlprofils versucht wird, den am Strahlstopper gemessenen Strahlstrom zu maximieren. Nach beendeter Strahljustierung wird der Stopper aus dem Strahlengang gefahren und der Ionenstrahl kann durch eine 60  $\mu\text{m}$  dicke Aluminiumfolie in die Probenkammer eindringen. Diese Folie, die durch Heliumgas gekühlt wird, trennt die Heliumgasatmosphäre vom Zyklotronvakuum. Bevor der Strahl die Probenoberfläche trifft, müssen die Ionen noch eine 4 mm lange Strecke im Helium zurücklegen. Nach Passieren der Probe und einer weiteren Schicht Heliumgases wird der Ionenstrahl an einem wassergekühlten Kupferblock gestoppt.



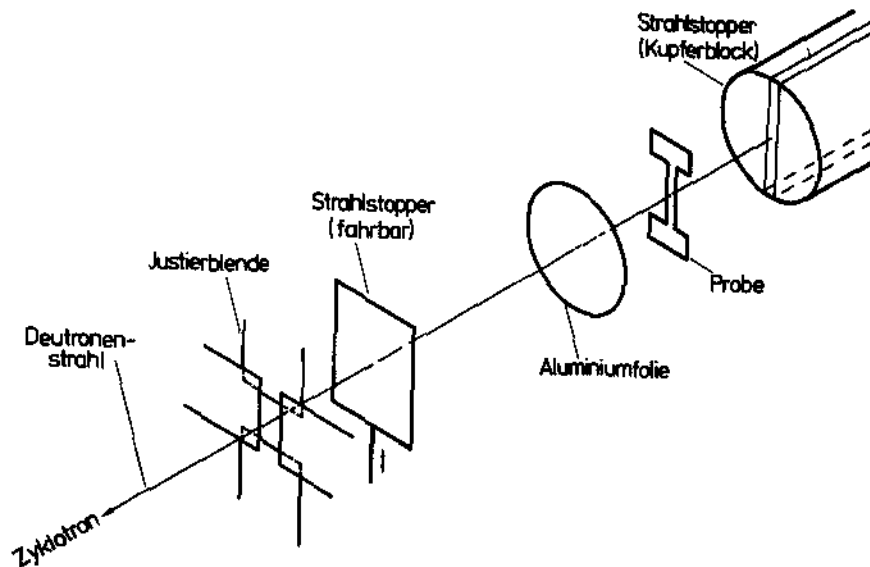


Abb. 16: Schematisches Bild des Deuteronenstrahlganges

Dieser Kupferblock dient gleichzeitig als Kalorimeter, mit dem der Strahlstrom gemessen werden kann. Dazu wird die Temperaturdifferenz zwischen den vom Strahl getroffenen Teil und der wassergekühlten Rückseite bestimmt, die als Maß für den Energieverlust des Ionenstrahls im Stopper dient. Bei bekannter Ionenenergie vor dem Auftreffen auf den Stopper läßt sich daraus der Strahlstrom bestimmen, der den Kupferblock trifft. Dieser ist identisch mit dem, der die Probe durchquert, wenn die unterschiedlichen Flächen von Stopper und Probe berücksichtigt werden. Der Kupferblock ist weiter in 2 Hälften geteilt, sodaß über eine unterschiedliche Temperaturdifferenz in den beiden Teilen auch eine grobe Kontrolle des Ionenstrahlprofils möglich ist. Schnelle Strahlstromschwankungen können jedoch auf diese Art und Weise nicht gemessen werden, da die Zeitkonstante des Kupferblocks bei etwa 26 sec liegt. Deshalb wird die Strahlstromstärke hauptsächlich über die Heizleistung des Ionenstrahls in der Probe bestimmt. Diese ergibt sich als Differenz der ohmschen Heizleistung vor und während der Bestrahlung. Bei bekanntem Energieverlust der Ionen in der Probe

läßt sich daraus wiederum die Strahlstromstärke berechnen. Gleichzeitig werden mit dieser Methode alle Strahlstromschwankungen registriert, die die Probe wegen ihrer kleinen thermischen Zeitkonstante von 0,1 sec spürt und die deshalb die Messung tangieren. Die Messung des Strahlstroms über den Strahlstopper nach der Justierblende scheidet infolge der starken Sekundärelektronenbildung aus. Eine genaue Messung würde der Anbringung eines elektrischen Feldes bedürfen, das die Sekundärelektronen absaugt.

Während es möglich ist das Strahlprofil so zu gestalten, daß die Strahlstromstärke über die Probenbreite nahezu konstant ist, muß der Ionenstrahl mit entsprechend hoher Frequenz in vertikaler Richtung über die Probe hin- und hergeführt werden, um eine einigermaßen homogene Bestrahlung zu gewährleisten. Die Frequenz muß so gewählt werden, daß jede Stelle der Probe wieder vom Strahl überstrichen wird, bevor die Punktdefekte, die beim vorhergehenden Durchgang erzeugt wurden, irgendwelche Senken erreichen können. Aus diesem Grund wird die maximal mögliche Frequenz von 180 Hz eingestellt.

#### 4.6 Meßfehlerabschätzung

Der größte Fehler bei der Bestimmung der Zugspannung rührt von der ungenauen Messung des Probenquerschnitts her. Die Probendicke schwankt maximal um  $\pm 2 \mu\text{m}$ , was  $\pm 4\%$  der nominalen Dicke von  $50 \mu\text{m}$  entspricht. Die Probenbreite variiert um  $\pm 50 \mu\text{m}$ , entsprechend  $\pm 0,5\%$  der nominellen Breite. Zusätzliche Ungenauigkeiten in der Messung der Zugspannung gründen sich auf die Temperaturdrift der Lastmeßzelle, weshalb Heliumgastemperaturschwankungen einen Einfluß auf die Messung der Last haben, und auf Probentemperaturschwankungen, die über entsprechende Längenänderungen die Last beeinflussen. Eine Zusammenstellung der Meßfehler bezüglich der Zugspannung enthält Tabelle 4.

Parameter	Empfindlichkeit	Variation	Meßfehler (in %)
Probentemperatur	$10^{-2}$ MPa/°C	$\pm 0,5^{\circ}\text{C}$	$\pm 0$
Heliumgastemperatur	$5 \cdot 10^{-2}$ MPa/°C	$\pm 1^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,02$
Probendicke	1%/µm	$\pm 2\mu\text{m}$	$\pm 2$
Probenbreite	0,05%/µm	$\pm 50\mu\text{m}$	$\pm 2,5$
		Total	$\pm 4,52\%$

Tabelle 4: Meßfehler bei der Bestimmung der Zugspannung

Die Bestimmung des Strahlstroms über den Energieverlust der Ionen in der Probe ist ebenfalls mit Fehler behaftet. Einerseits ist der aus semiempirischen Daten gewonnene Energieverlust nur auf  $\pm 5\%$  genau bekannt /17/, andererseits liegt der Berechnung die Annahme einer durch die Bestrahlung unverändert gelassenen Temperaturverteilung über die Probe zugrunde, was nie erfüllt ist. Diese Unkorrektheiten sollen einen zusätzlichen Fehler von  $\pm 5\%$  verursachen. Mit einem statistischen Fehler von  $\pm 1\%$  addieren sich die beiden systematischen Fehler zu einem Gesamtfehler in der Bestimmung der Strahlstromstärke von  $\pm 11\%$ .

Die Dehnung der Probe wird durch die Division der Längenänderung durch die Meßstrecke von 10 mm (s. Kapitel 4.7) bestimmt. Eine Korrektur der Meßstrecke, wie sie etwa bei der Untersuchung des thermischen Kriechens hinsichtlich der breiteren Proben-  
teile notwendig ist /38/, ist vernachlässigbar, da einerseits nur die Meßstrecke bestrahlt wird und andererseits die Temperaturen in den breiteren Proben-  
teilen zu klein sind, um ein meßbares thermisches Kriechen entstehen zu lassen. Infolge der geringen Gesamtdehnung kann auch die Änderung der Meßstrecke mit der Zeit außer Acht gelassen werden. Die Fehlerabschätzung für die Messung der bestrahlungsinduzierten Dehnung beinhaltet daher nur den anfänglichen Fehler bei der Bestimmung der Meßstrecke. Dieser ist dem Fehler bei der Einstellung der Öffnung der Justierblende gleichzusetzen. Zusätzlich muß noch der Fehler,

Parameter	Empfindlichkeit	Variation	Meßfehler (in %)
Widerstand			$\pm 4,0$
Meßstrecke	1,0%	$\pm 0,1$ mm	$\pm 5,0$
Strahlprofil	1 $\mu$ /A	$\pm 0,07$ A	$\pm 3,5$
Wegaufnehmertemp.	$5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	$\pm 1^{\circ}\text{C}$	$\pm 2,5$
Probenhaltertemp.	$2,4 \cdot 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$	$\pm 0,2^{\circ}\text{C}$	$\pm 4,8$

Tabelle 5: Meßfehler bei der Bestimmung der Kriechdehnung

der durch die Methode der Probenlängenmessung induziert wird, berücksichtigt werden. Dieser entspricht dem Fehler durch die Nullpunktsdrift des Wegaufnehmers. Außerdem muß die Ungenauigkeit, die durch die thermische Ausdehnung der Probe entsteht, mit einkalkuliert werden. Die Abschätzung dieses Fehlers wird einerseits erschwert durch die Tatsache, daß die Änderung der mittleren Probentemperatur mehrere Ursachen haben kann, andererseits aber auch Temperaturprofiländerungen über die Probe Längenänderungen zur Folge haben. Der in Tabelle 5 unter der Rubrik Strahlprofil angegebene Empfindlichkeitsfaktor wurde aus den einzelnen Meßkurven entnommen. Unter der Annahme, daß Heizstromänderungen und gleichzeitige Probenlängenänderungen bei konstantem Probenwiderstand auf Veränderungen des Temperaturprofils zurückzuführen sind, ergibt sich der angegebene Wert von Längenänderung pro Heizstromänderung.

Im ersten Punkt der Tabelle 5 sind die Meßfehler infolge Probenwiderstandsänderung durch Längenänderung und Bestrahlung zusammengefaßt, im zweiten Punkt ist der Fehler bei der Bestimmung der Meßstrecke enthalten, in Punkt 4 und 5 die Fehler, die sich durch die Nullpunktsdrift des Wegaufnehmers und durch Temperaturvariationen des Probenhalters ergeben, wodurch eine Probendehnung vorgetäuscht wird. Der Gesamtfehler bei der Bestimmung der Kriechdehnung summiert sich zu  $\pm 20\%$ .

#### 4.7 Probenform und Probenzusammensetzung

Die geometrische Form der Proben läßt sich an Hand der Abb. 17 erkennen. Der bestrahlte Probenteil besitzt eine Länge von 10 mm. Damit ergeben sich auch bei kleinen bestrahlungsin-duzierten Kriechraten Längenänderungen der Probe, die sich mit der vorhandenen Meßeinrichtung leicht auflösen lassen. Andererseits ist diese Länge so gewählt, daß eine homogene Bestrahlung dieses Bereichs möglich ist, indem man den Ionenstrahl mit einer entsprechend hohen Frequenz über die Probe in vertikaler Richtung hin und her laufen läßt. Der Nachteil dieser relativ langen Meßstrecke ist die im Vergleich zu kürzeren Proben größere Temperaturinhomogenität in axialer Richtung. Der kleine Krümmungsradius an den Enden der Meßstrecke gewährleistet eine relativ gute Übereinstimmung zwischen der dem Probenwiderstand entsprechenden mittleren Probentemperatur und der über das Pyrometer gemessenen maximalen Temperatur in der Probenmitte. Bei einer mittleren Probentemperatur von  $300^{\circ}\text{C}$  liegt die Maximaltemperatur etwa bei  $330^{\circ}\text{C}$ . Dies ist deshalb der Fall, da der Probenquerschnitt und damit der Probenwiderstand auf der gesamten Meßstrecke in etwa konstant ist, während bei einem größeren Krümmungsradius sich der Probenquerschnitt und damit der Widerstand im Verlauf der Meßstrecke ändern würde. Die Breite der Probe im Bereich der Meßstrecke ist so gewählt, daß der Probenwiderstand groß genug ist, um auch ohne zusätzliche Strahlheizung die Temperatur der Probe allein durch ohmsche Heizung auf  $600^{\circ}\text{C}$ - $700^{\circ}\text{C}$  konstant halten zu können, ohne daß dazu Stromstärken von 30 Ampere und höher erforderlich wären. Solch hohe Stromstärken würden zusätzliche Probleme hinsichtlich ihrer Übertragung mit sich bringen. Außerdem gewährleistet diese Probenbreite, daß auch bei sehr kleinen Zugspannungen an der Probe die notwendige Last mindestens im Bereich von Zehntel Kilopond liegt. Die beiden Bohrungen erleichtern das Zentrieren der Probe im Halter. Welche Gründe ausschlaggebend waren die Probendicke mit  $50\text{ }\mu\text{m}$  zu wählen, wurde schon in Kapitel 4.1 ausführlich behandelt. Die beiden Potentialdrähte



"kommerzieller" Edelstahl 316	C	0,068	Cr	16,88	Ni	13,29
	Mo	3,35	Si	0,62	Mn	1,72
	P	0,025	S	0,011	N	0,005

"reiner" Edelstahl 316	C	0,006	Cr	20,23	Ni	14,40
	Mo	2,63	Si	0,01	Mn	-
	P	0,008	S	-	N	0,005

Tabelle 6: Chemische Zusammensetzung der Proben (in Gewichts%, Rest Fe)

zielle" Material auf 50 µm heruntergewalzt, wobei jeweils bei 90, 80, 70 und schließlich bei 62 µm eine Zwischenglühlung erfolgte. Die so bearbeiteten Proben des "kommerziellen" Typs weisen eine 20% Kaltbearbeitung auf. Schließlich wurde noch eine Probe vom "kommerziellen" Typ untersucht, die 20% kaltbearbeitet wurde und die anschließend 5 Stunden bei 700°C getempert wurde.

## 5. Ergebnisse

### 5.1 Kriechkurve

Die während der Bestrahlung gemessenen Kriechkurven sind ähnlich der in Abbildung 18 gezeigten. Sie gibt den zeitlichen Verlauf der Dehnung des "kommerziellen" Edelstahl vom Typ 316 unter Bestrahlung mit 9 MeV Deuteronen wieder. Die mittlere Proben­temperatur beträgt  $300^{\circ}\text{C}$ , die Zugspannung 300 MPa, die Strahlstromdichte  $40\ \mu\text{A}/\text{cm}^2$ , was einer Atomverlagerungsrate von  $1,25 \cdot 10^{-2}$  dpa/hr entspricht. Ebenfalls eingetragen ist die Heizleistung des elektrischen Stroms in der Probe, die zusätzlich zur Strahlheizung benötigt wird, um die Proben­temperatur konstant zu halten.

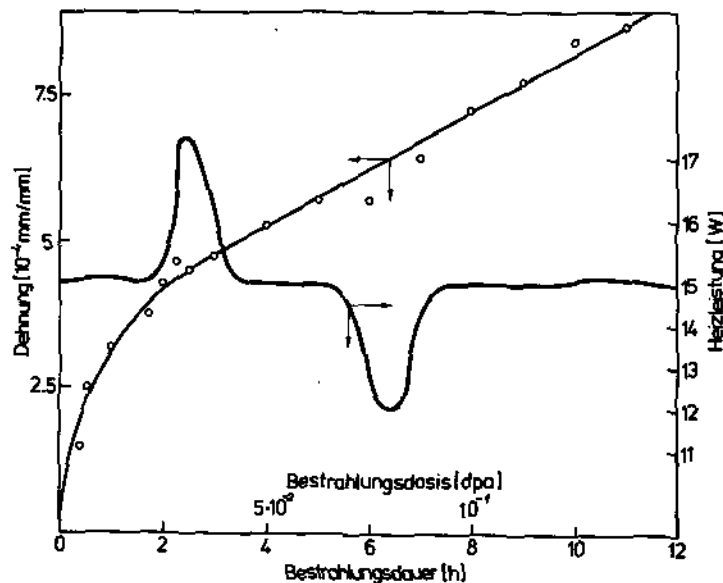


Abb. 18: Typische Meßkurve während der Bestrahlung einer "kommerziellen" Edelstahlfolie von 50  $\mu\text{m}$  Dicke bei einer mittleren Temperatur von  $300^{\circ}\text{C}$ , einer Zugspannung von 300 MPa und einer Atomverlagerungsrate von  $1,25 \cdot 10^{-2}$  dpa/hr. Neben der Probendehnung ist die ohmsche Heizleistung eingezeichnet, die zusätzlich zur Strahlheizung benötigt wird, um die Proben­temperatur konstant zu halten.



Das vor Beginn der Bestrahlung vorhandene Temperaturgleichgewicht in der Probenkammer wird am Anfang der Bestrahlung durch Temperaturänderungen, speziell des Probenhalters, gestört. Diese werden einerseits durch auf den Probenhalter auftreffende Strahlung, andererseits durch die im Gefolge des Bestrahlungsbegins notwendige Reduktion des Heizstroms verursacht. Bis zur völligen Wiederherstellung des neuen Gleichgewichtszustandes vergehen bis zu 2-3 Stunden. Es kann daher nicht ausgeschlossen werden, daß die in Abbildung 18 zu sehende rasche Zunahme der Kriechdehnung zu Beginn der Bestrahlung auf ein noch nicht vorhandenes Gleichgewicht zurückzuführen ist und kein echtes Übergangskriechen darstellt.

An diesen Bereich schließt sich das Gebiet mit konstanter Kriechrate an, das sogenannte stationäre Kriechen. Die in den folgenden Ergebnissen aufgeführten bestrahlungsinduzierten Kriechraten beziehen sich ausschließlich auf diesen Bereich des stationären Kriechens. Die Bestrahlung des kaltbearbeiteten und anschließend geglühten Materials zeigt auch nach Erreichen des Temperaturgleichgewichts noch für eine gewisse Zeitspanne ein Übergangskriechen mit sich verändernder Kriechrate. Dies ist vergleichbar mit den Beobachtungen von Blanchard und Mitarbeitern /39/, die an kaltbearbeiteten austenitischem Edelstahl vom Typ 316 kein Übergangskriechen feststellen konnten, wohl aber an geglühten und dann abgeschrecktem Material gleicher Zusammensetzung. Das thermische Kriechen von austenitischem Edelstahl vom Typ 316 bei 300°C liegt sowohl vor als auch nach der Bestrahlung unterhalb des Auflösungsvermögens der Meßapparatur, sodaß keine Korrektur der während der Bestrahlung gemessenen Kriechkurve hinsichtlich thermischen Kriechens durchgeführt wurde. Einen Ausschnitt aus der Abbildung 18 entsprechenden originalen Meßkurve zeigt Abbildung 19.

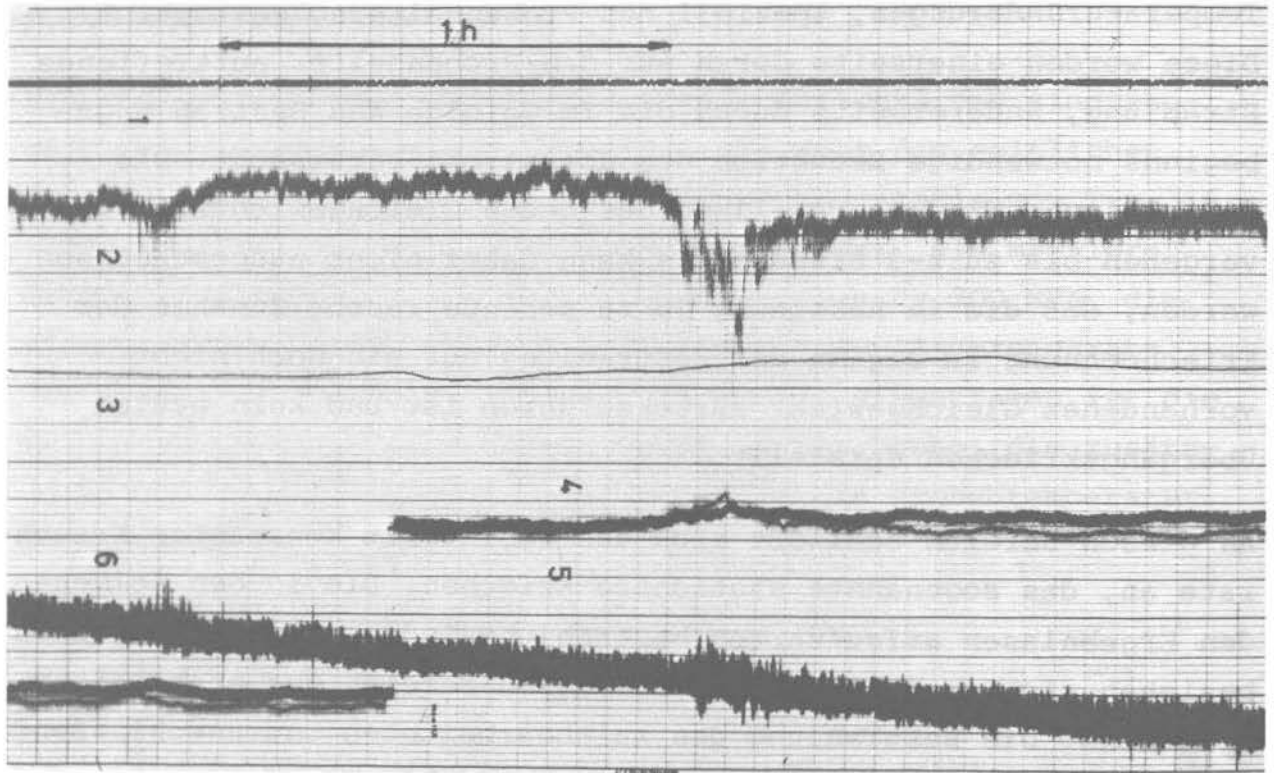


Abb. 19: Ausschnitt aus einer originalen Meßkurve

- 1 - Last
- 2 - Heizstrom ( $\leftrightarrow 2A$ )
- 3 - Wegaufnehmertemperatur ( $\leftrightarrow 10^{\circ}C$ )
- 4 - Kalorimeter rechts
- 5 - Kalorimeter links
- 6 - Probenlänge ( $\leftrightarrow 10\mu m$ )

## 5.2 Abhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens von der angelegten Zugspannung

Die in Abb. 20 als Funktion der Zugspannung aufgetragenen Kriechraten sind auf die Atomverlagerungsrate normiert, die zwischen 1 und  $5 \cdot 10^{-6}$  dpa/sec variierte. Diese Normierung ermöglicht überhaupt erst den Vergleich von Experimenten mit unterschiedlicher Defekterzeugungsrate. Wie im folgenden noch gezeigt wird (s. Kap. 5.3), ist diese Normierung erlaubt, da die Kriechrate linear mit der Atomverlagerungsrate ansteigt. Die Ergebnisse hinsichtlich Zugspannungsabhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens können wie folgt zusammengefaßt werden:

- a) Der "reine" austenitische Edelstahl vom Typ 316 zeigt über den gesamten untersuchten Spannungsbereich von 100-300 MPa eine quadratische Abhängigkeit der Kriechrate von der angelegten Spannung.
- b) Der "kommerzielle" austenitische Edelstahl 316 zeigt nur bei hohen Spannungen zwischen 250 und 350 MPa einen quadratischen Zusammenhang zwischen Kriechrate und angelegter Zugspannung. In diesem Bereich liegen die Kriechraten um mehr als einen Faktor 3 unter denen des "reinen" Stahls.
- c) Bei Spannungen unterhalb 250 MPa nimmt die Kriechrate des "kommerziellen" Stahls linear mit der angelegten Zugspannung zu.
- d) Das Tempern des 20% kaltbearbeiteten "kommerziellen" Stahls bringt eine weitere Reduktion der Kriechrate mit sich.

Ein Vergleich mit Ergebnissen von anderen Simulationsexperimenten (s. Abb. 21) zeigt für hohe Spannungen ebenfalls einen nicht-linearen Zusammenhang zwischen Kriechrate und Zugspannung /7/, wogegen für kleine Spannungen ebenso wie in diesem Experiment eine lineare Spannungsabhängigkeit der Kriechrate gefunden wird /40/. Die Atomverlagerungsraten von /40/ wurden dabei korrigiert, um mit jenen von Abb. 2 übereinzustimmen. Die Unterschiede zwischen /7/ und dieser Arbeit lassen sich unter Berücksichtigung

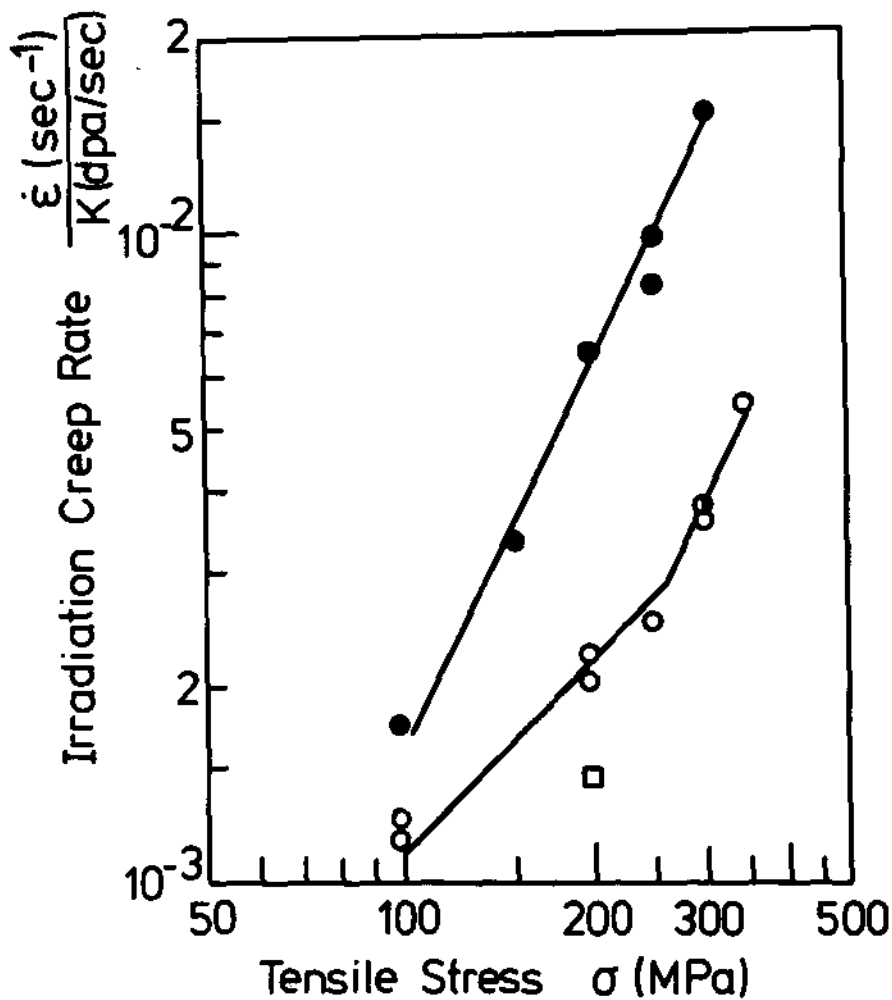


Abb. 20: Auf die Atomverlagerungsrate normierte bestrahlungsin-  
duzierte Kriechraten als Funktion der angelegten Zug-  
spannung

- "reiner" Typ 316 Edelstahl, 33% kaltbearbeitet
- "kommerzieller" Typ 316 Edelstahl, 20% kaltbearbeitet
- "kommerzieller" Typ 316 Edelstahl, 20% kaltbearbeitet +  
5 h bei 700°C gegläht.

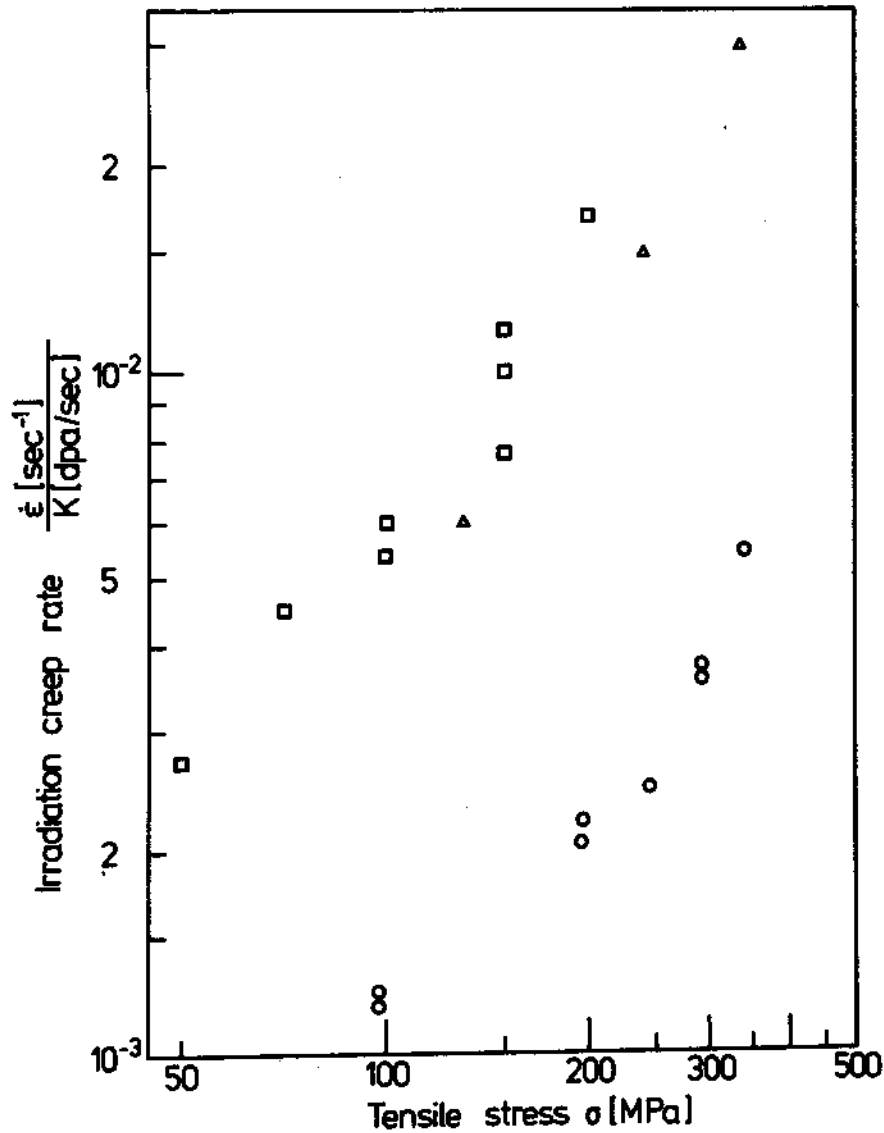
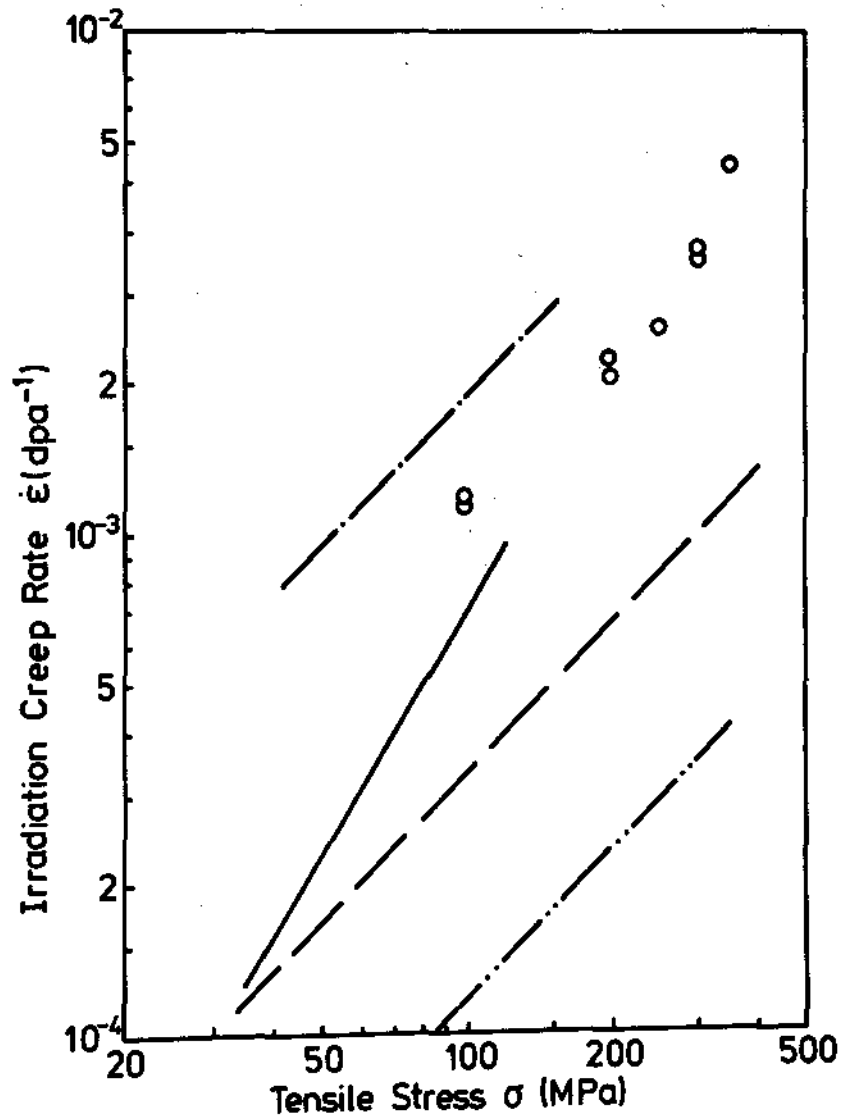


Abb. 21: Vergleich der Ergebnisse hinsichtlich Spannungsabhängigkeit des Bestrahlungskriechens von verschiedenen Simulationsexperimenten

- Typ 316 Edelstahl, 20% kaltbearbeitet, 9 MeV, 300°C (diese Arbeit)
- Typ 316 Edelstahl, 60% kaltbearbeitet, 4 MeV p, 500°C /40/
- ▲ Typ 316 Edelstahl, 20% kaltbearbeitet, 22 MeV d, 505°C /7/.

sichtigung des Meßfehlers von 20% in dieser Arbeit und von etwa 50% in /7/ mit der geänderten Bestrahlungstemperatur erklären. Die Kriechrate nimmt zwischen 300°C und 500°C um einen Faktor 2,0 zu (s. Kapitel 5.3). In /7/ wird sogar ein Faktor 4 angegeben. Beim Vergleich mit /40/ muß zusätzlich der Einfluß der geänderten Materialzusammensetzung berücksichtigt werden. Beim Vergleich der Ergebnisse mit den Daten von Neutronenexperimenten fällt auf, daß die Ergebnisse aus schnellen Reaktoren auch bei hohen Spannungen einen linearen Zusammenhang zwischen Kriechrate und angelegter Zugspannung zeigen (s. Abb. 22) /41,43/. Bei einer der veröffentlichten Neutronenbestrahlungen zeigt sich ein nichtlinearer Zusammenhang zwischen Kriechrate und angelegter Zugspannung. Die Ursache dafür könnte in der hohen Bestrahlungstemperatur von 580°C liegen und damit verbundenen thermischen Kriechen, das viel stärker von der Spannung abhängt als das bestrahlungsinduzierte Kriechen. Da in der Literatur die Modifikation des NRT-Modells zu Berechnung der Atomverlagerungsrate unter Neutronenbestrahlung nicht berücksichtigt wurde, wurden die Literaturwerte der Strahlenschädigung vor dem Vergleich mit den Ergebnissen dieser Arbeit entsprechend der Diskussion in Kapitel 2.2 mit einem Faktor 0,35 multipliziert. Die an Druckröhren gewonnenen Ergebnisse von /42/ wurden mit Hilfe der Söderberg-Formel /44/ in uniaxiale Spannungen und Dehnungen umgerechnet. Zusammenfassend läßt sich aus Abb. 22 schließen, daß selbst bei Berücksichtigung der Temperaturunterschiede zwischen den einzelnen Experimenten die bestrahlungsinduzierten Kriechraten in schnellen Reaktoren um den Faktor 2-10 unter denen dieser Arbeit liegen.



**Abb. 22:** Vergleich der Ergebnisse von dieser Arbeit mit den Daten von Neutronenbestrahlungen an 20% kaltbearbeitetem Edelstahl vom Typ 316

o	0,1-0,2 dpa, 300°C (diese Arbeit)
--	0,3 dpa, 475°C /41/
---	0,67 dpa, 532°C /42/
----	2 dpa, 400°C /43/
—	18,2 dpa, 580°C /41/

### 5.3 Temperaturabhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens

Die Kriechrate des "kommerziellen" 20% kaltbearbeiteten austenitischen Edelstahl vom Typ 316 steigt bei einer Zugspannung von 200 MPa zwischen 300°C und 500°C um den Faktor 2 (s. Abb. 23). Weiter ist aus Abb. 23 noch zu erkennen, daß die Temperaturabhängigkeit des Bestrahlungskriechens wesentlich unter der liegt, die für das thermische Kriechen gültig ist, wie aus dem Vergleich

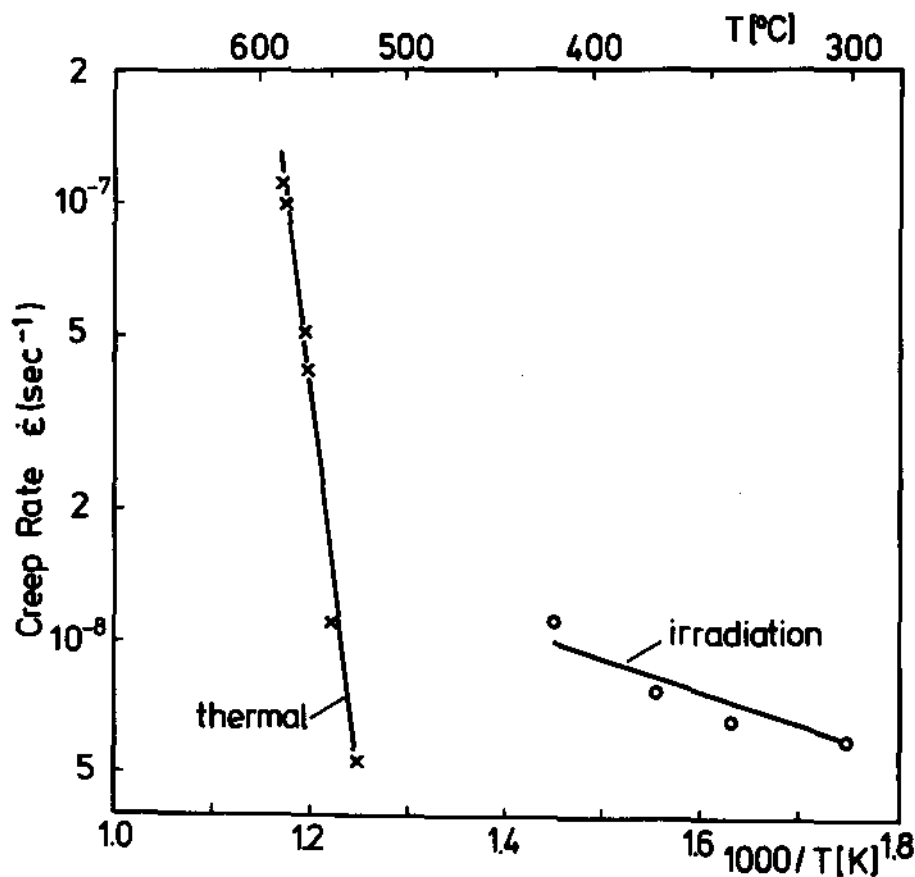


Abb. 23: Temperaturabhängigkeit des bestrahlungsinduzierten bzw. thermischen Kriechens des 20% kaltbearbeiteten "kommerziellen" Edelstahl vom Typ 316 bei einer Spannung von 200 MPa und einer Atomverlagerungsrate von 10<sup>-2</sup> dpa/hr.



mit der ebenfalls eingezeichneten thermischen Kriechrate hervorgeht. Die Temperaturabhängigkeit des Bestrahlungskriechens unter Deuteronenbestrahlung ist vergleichbar mit der unter Neutronenbestrahlung /41,43/.

Die Messung der thermischen Kriechrate bei  $580^{\circ}\text{C}$  wurde auch an einer mit 0,1 dpa vorbestrahlten Probe vorgenommen, um etwaige Unterschiede in der thermischen Kriechrate vor und nach der Bestrahlung feststellen zu können. Aus der Tatsache, daß kein Unterschied entdeckt werden konnte, ergibt sich die Schlussfolgerung, daß innerhalb einer Gesamtstrahlendosis von 0,1 dpa bei Temperaturen über  $580^{\circ}\text{C}$  keine Matrixhärtung auftritt.

#### 5.4 Abhängigkeit des bestrahlungsinduzierten Kriechens von der Defekterzeugungsrate

Die bei einer Temperatur von  $300^{\circ}\text{C}$  und einer Spannung von 300 MPa an dem "kommerziellen" Typ in Abhängigkeit von der Atomverlagerungsrate gemessenen Kriechraten sind mit der Annahme einer linearen Abhängigkeit der Kriechrate von der Atomverlagerungsrate  $K$  vereinbar (s. Abb. 24). Die Meßfehler sind jedoch derart, daß die Kriechrate maximal  $K^{1,1}$  und minimal  $K^{0,9}$  proportional sein kann. Eine lineare Abhängigkeit von der Strahlenschädigung wird auch von Hudson und Mitarbeitern /40/ an austenitischem Edelstahl vom Typ 304 unter Protonenbestrahlung festgestellt, ebenso wie von Hendrick und Mitarbeitern an Nickel unter Deuteronenbestrahlung bei einer Temperatur von  $224^{\circ}\text{C}$  /22/. Unter Neutronenbestrahlung scheint bis zu 10 dpa Gesamtstrahlenschaden ebenfalls ein linearer Zusammenhang zwischen Kriechrate und Atomverlagerungsrate zu bestehen /45/.

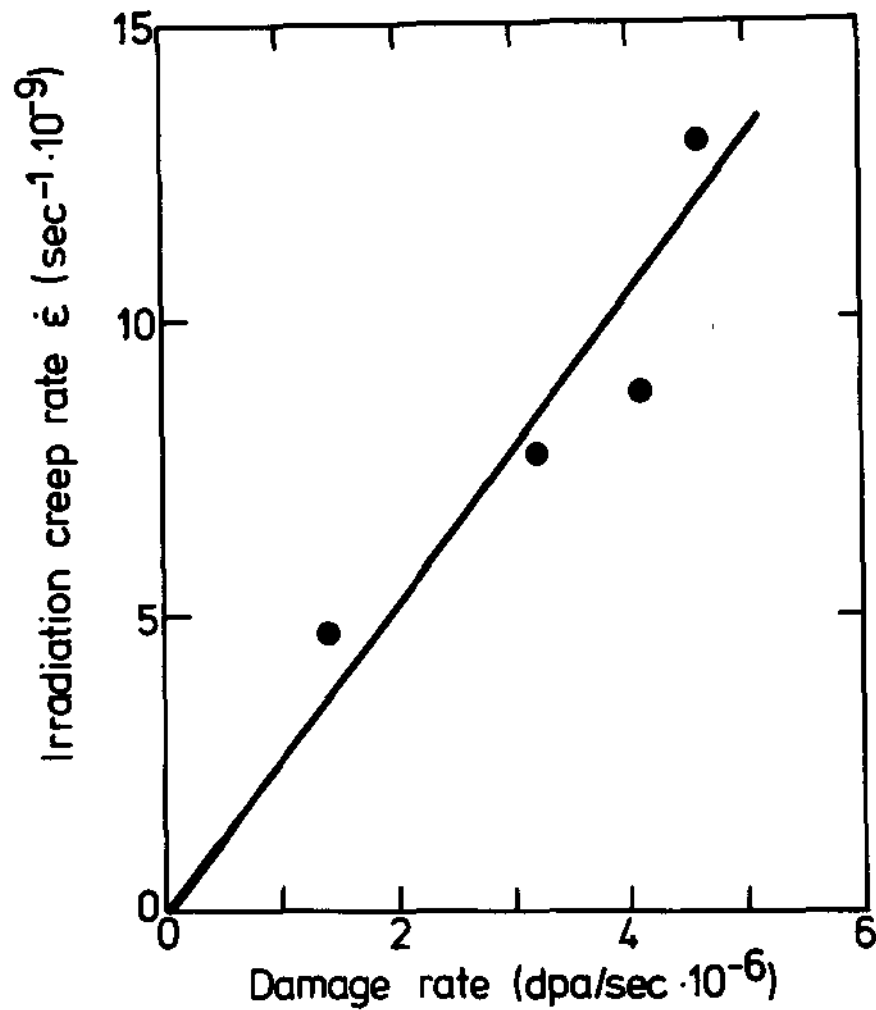


Abb. 24: Abhängigkeit der bestrahlungsinduzierten Kriechrate von der Dosisrate für den 20% kaltbearbeiteten "kommerziellen" Edelstahl vom Typ 316 bei einer Temperatur von 300°C und einer Spannung von 300 MPa.

### 5.5 Mikrostruktur der bestrahlten Proben /46/

Infolge der geringen Anzahl der hinsichtlich ihrer Mikrostruktur bisher untersuchten Proben können hier nur rein qualitative Feststellungen getroffen werden:

- a) Die 20% kaltbearbeitete und anschließend 5 Stunden bei 700°C geglühte Probe zeigt folgende Entwicklung der Mikrostruktur: Nach einer Gesamtstrahlenschädigung von 0,2 dpa ist die Versetzungsstruktur aus der Vorbehandlung fast unverändert, nach 0,5 dpa zeigt sich eine gleichmäßige Population von Versetzungsringen, fast ohne Linienversetzungen.
- b) Eine lösungsgeglühte Probe aus austenitischem Edelstahl vom Typ 316 zeigt folgende Entwicklung der Mikrostruktur: Zwischen 0,1 dpa und 0,3 dpa bleibt die Dichte des Versetzungsnetzwerks klein, während gleichzeitig Versetzungsringe entstehen. Zwischen 0,5 dpa und 1 dpa stellt sich ähnlich wie beim kaltbearbeiteten und geglühten Material eine dichte Ansammlung von Versetzungsringen ein, während die Linienversetzungen fast vollständig verschwunden sind.

Das nur kaltbearbeitete Material dürfte einen ähnlichen Verlauf der Entwicklung der Mikrostruktur zeigen. Dies würde mit den Ergebnissen von Brager und Mitarbeitern für die Entwicklung der Mikrostruktur von 20% kaltbearbeitetem Edelstahl vom Typ 315 unter Neutronenbestrahlung /47/ übereinstimmen.

## 6. Diskussion

Obwohl der Schwerpunkt dieser Arbeit auf dem experimentellen Aufbau der Bestrahlungsapparatur und der Demonstration ihrer Verwendbarkeit lag, soll im letzten Abschnitt versucht werden, die erhaltenen Meßwerte an Hand von vorgeschlagenen theoretischen Modellen zu diskutieren.

### 6.1 Mechanismen, die zu einem bestrahlungsinduzierten Kriechen führen

Die spannungsinduzierte selektive Absorption (stress induced preferential absorption, SIPA) von Zwischengitteratomen an Versetzungen (und zu einem wesentlich geringeren Teil von Leerstellen) wurde unabhängig von Heald und Speight /48/ bzw. Wolfer und Ashkin /49/ vorgeschlagen. Der physikalische Ursprung des SIPA-Mechanismus ist die Modulwechselwirkung zwischen einem Punktdefekt und einer Stufenversetzung. Da die Wechselwirkungsenergie mit dem Quadrat des totalen Verzerrungsfeldes ansteigt, nimmt die Wechselwirkung unter dem Einfluß einer äußeren Spannung zu. Diese zusätzliche Wechselwirkung ist die Ursache dafür, daß unterschiedlich viele Zwischengitteratome zu Versetzungen wandern, die gegenüber der äußeren Spannung verschieden orientiert sind. Die Differenzen in den Leerstellenströmen sind vergleichbar gering.

Unter der vereinfachten Annahme, daß nur Versetzungen existieren, deren Burgersvektor entweder parallel oder senkrecht zur äußeren Spannung steht, haben Bullough and Willis /50/ gezeigt, daß infolge des SIPA-Mechanismus im Vergleich zu anders orientierten Versetzungen mehr Zwischengitteratome an Versetzungen eingefangen werden, deren Burgersvektor parallel zur äußeren Spannung steht. Als Konsequenz dieser bevorzugten Absorption von Zwischengitteratomen und der Erhaltung der Masse werden die entsprechenden überzähligen Leerstellen bevorzugt an Versetzungen absorbiert, deren Burgersvektor senkrecht zur Richtung der äußeren Spannung

liegt. Wie aus Abbildung 25 zu entnehmen ist, führt der SIPA-Mechanismus unter dem Einfluß einer Zugspannung zum Klettern von Versetzungen in Richtung der Zugspannung  $\sigma$ , wenn deren Burgersvektor parallel zur Spannungsrichtung liegt.

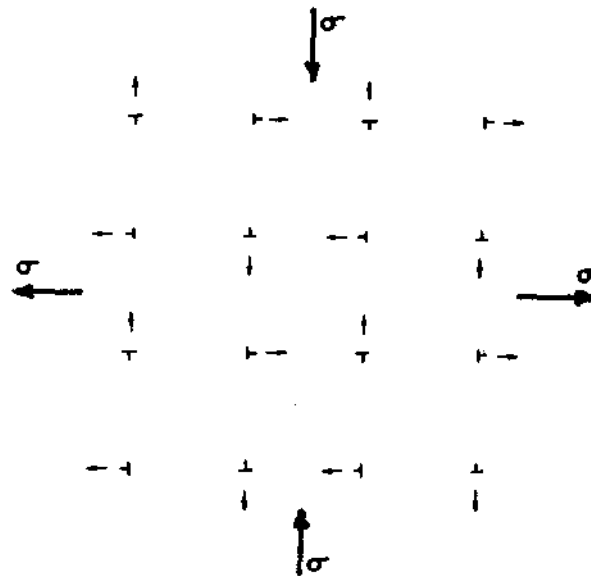


Abb. 25: Zwei-dimensionale Anordnung von Stufenversetzungen, die unter dem Einfluß einer äußeren Spannung  $\sigma$  klettern (Pfeilrichtung = Richtung des Kletterns) /48/.

Da das SIPA-Modell eine Rekombination von Punktdefekten nicht berücksichtigt, muß die Versetzungsdichte entsprechend hoch sein, um die Rekombination auf ein vernachlässigbar kleinen Wert zu halten.

Brailsford und Bullough /51/ zeigten, daß dies der Fall ist, wenn für die Versetzungsdichte folgende Beziehung gültig ist:

$$L = \left( \frac{4\alpha K}{D_i D_v} \right)^{1/2} \quad (6.1)$$

$\alpha$  ist der Rekombinationskoeffizient,  $D_i$  und  $D_v$  die Diffusionskoeffizienten von Zwischengitteratomen und Leerstellen und  $K$  die Atomverlagerungsrate. Typischerweise muß die Versetzungsdichte im Bereich von  $10^{10}$  bis  $10^{11} \text{ cm}^{-2}$  liegen, um die Rekombination vernachlässigen zu können. Aus diesem Grund sollte der Einfluß der Rekombination auf den SIPA-Mechanismus in kaltbearbeiteten Materialien oder lösungsgeglühten Materialien nach längerer Bestrahlung in der Tat vernachlässigbar sein.

Der SIPA-Mechanismus bewirkt das Klettern von Versetzungen mit entsprechend orientierten Burgersvektoren und damit eine Dehnung in Spannungsrichtung. Bullough und Hayns /52/ finden für die SIPA-Kriechrate folgende Beziehung

$$\dot{\epsilon}_{\text{SIPA}} = 0,5 \sigma K / \mu \quad (6.2)$$

wobei  $\sigma$  die angelegte Zugspannung,  $\mu$  der Schubmodul und  $K$  wieder die Atomverlagerungsrate ist. Dieses Ergebnis wurde unter der Annahme erzielt, daß Stufenversetzungen die einzigen Senken für die Punktdefekte darstellen.

Neben dem Klettern von Versetzungen ist der SIPA-Mechanismus auch für das spannungsinduzierte Wachstum von Zwischengitteratomringen verantwortlich /53/. Unter dem Einfluß einer äußeren Spannung wachsen diese Ringe bevorzugt auf Kristallebenen, die senkrecht zur Spannungsrichtung liegen. Da die Nukleationsbarriere für einen solchen Versetzungsring vernachlässigbar klein ist /54/, besitzt die äußere Spannung nur einen Einfluß auf das Wachstum der Ringe, nicht aber auf deren Nukleation. Die Beiträge des Kletterns von Stufenversetzungen und des bevorzugten Wachstums von Versetzungsringen ergeben zusammen eine bestrahlungsinduzierte Kriechrate gemäß folgender Gleichung

$$\dot{\epsilon}_{\text{SIPA}} = \frac{F |N_1 \zeta_1 + L \zeta_d| \sigma}{\mu} \quad (6.3)$$

$N_1$  und  $L$  sind die Dichten der Versetzungsringe bzw. der Stufenversetzungen,  $\zeta_1$  und  $\zeta_d$  enthalten die bevorzugte Absorption von Zwischengitteratomen an Versetzungen,  $F$  ist im wesentlichen pro-

portional zur Atomverlagerungsrate,  $\sigma$  ist die angelegte Spannung und  $\mu$  der Schubmodul.

Im Gegensatz zum Modell des bevorzugten Wachstums von Versetzungsringen und des Kletterns von Stufenversetzungen schlug Gittus /55/ ein Modell für das bestrahlungsinduzierte Kriechen vor, das neben dem Klettern von Versetzungen auch ein anschließendes Gleiten beinhaltet (I-Kriechen). Um eine lineare Spannungsabhängigkeit der durch Klettern und Gleiten verursachten Kriechrate zu erhalten, macht er die Annahme, daß sich die Segmente eines Versetzungsnetzwerks unter dem Einfluß einer äußeren Spannung in ihrer Gleitebene nur so weit verformen bis die entstehende Linien- oder Linienoberflächen-Spannung der äußeren Spannung entspricht. Diese Dehnung wurde von Mott /56/ und Friedel /57/ auf  $\sigma/E$  abgeschätzt. Ohne dem Vorhandensein von bestrahlungsinduzierten Punktdefekten würde der Verformungsprozeß hier enden. Werden jedoch die bestrahlungsinduzierten Leerstellen in Poren absorbiert, so können die überschüssigen Zwischengitteratome ein Klettern von Versetzungen bewirken. Auf diese Art und Weise können Versetzungen, die durch Hindernisse am Gleiten gehindert werden, in neue Gleitebenen gelangen und sich wieder verformen. Damit dieser Kletter-Gleit-Prozeß wirksam werden kann, ist es jedoch notwendig, daß gleichzeitig Schwellen auftritt, um die entsprechenden Leerstellensenken zu bilden. Die Kriechrate ist daher, wie aus der folgenden Gleichung ersichtlich, der Schwellenrate  $\dot{S}$  proportional.

$$\dot{\epsilon} = \dot{S} \sigma/Y \quad (6.4)$$

$Y$  steht für die Fließspannung,  $\sigma$  wieder für die äußere Spannung.

Mansur /58/ koppelte das Kletter-Gleit-Modell von Gittus mit dem SIPA-Mechanismus und erhält eine quadratische Spannungsabhängigkeit der Kriechrate. Das SIPA-kontrollierte Gleiten in diesem Modell beugt der Notwendigkeit vor, eine verglichen mit Leerstellen prinzipiell erhöhte Absorption von Zwischengitteratomen an Versetzungen anzunehmen, d.h. dieser Mechanismus sollte auch dann wirksam sein, wenn kein Schwellen durch Porenbildung auftritt ( $\dot{S} = 0$ ). Unter der Voraussetzung, daß die Hindernisse,

die dem Gleiten der Versetzungen im Wege stehen, vom Versetzungsnetzwerk selbst gebildet werden, was nur für kaltbearbeitete Materialien zutrifft, erhält Mansur für die bestrahlungsinduzierte Kriechrate infolge Klettern von Versetzungen (SIPA-Kriechen) und Klettern und Gleiten von Versetzungen (PAG-Kriechen) folgende Beziehungen

$$\dot{\epsilon}_{\text{SIPA}} = \frac{2\Omega L}{9} \Delta Z_i^d D_i C_i \frac{\sigma}{E} \quad (6.5)$$

$$\dot{\epsilon}_{\text{PAG}} = \frac{4\Omega}{9b} (\pi L)^{1/2} \Delta Z_i^d D_i C_i \frac{\sigma^2}{E^2} \quad (6.6)$$

$L$  ist die Versetzungsdichte,  $C_i$ ,  $D_i$  die freie Konzentration der Zwischengitteratome bzw. deren Diffusionskoeffizient,  $\Delta Z_i^d$  gibt die Differenz der Absorptionskoeffizienten für Zwischengitteratome von Versetzungen an, deren Burgersvektor parallel bzw. senkrecht zur Spannungsrichtung steht. Führt man die Beziehung für die Fließspannung eines Materials ein, das ein Versetzungsnetzwerk enthält /59/

$$\sigma = \frac{E b \sqrt{L}}{2 \pi} \quad (6.7)$$

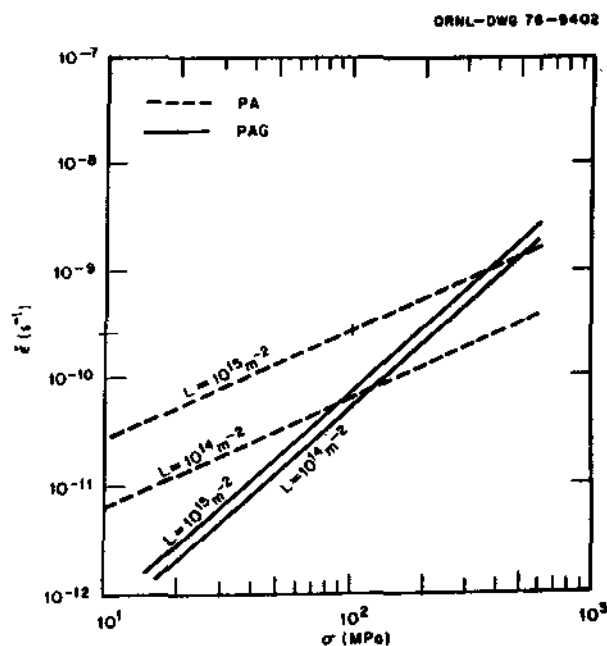
so läßt sich die Gleichung (6.6) wie folgt schreiben

$$\dot{\epsilon}_{\text{PAG}} = \frac{4\Omega L}{9} D_i C_i \Delta Z_i^d \frac{\sigma^2}{Y} \quad (6.8)$$

Wie schon erwähnt, tragen sowohl der SIPA-Mechanismus als auch der PAG-Prozeß während einer Bestrahlung gleichzeitig zum Kriechen bei, unabhängig davon ob Schwellen auftritt oder nicht. Infolge der unterschiedlichen Spannungsabhängigkeit der beiden Prozesse überwiegt der Beitrag des PAG-Mechanismus bei hohen Spannungen, wogegen der SIPA-Mechanismus bei kleinen Spannungen dominiert. Die quadratische Spannungsabhängigkeit der PAG-Kriechrate ergibt sich dabei aus der Tatsache, daß einerseits die Klettergeschwindigkeit infolge des SIPA-Mechanismus linear von der Spannung abhängt und andererseits die Dehnung, die durch



die Verformung der gleitenden Versetzungen verursacht wird, ebenfalls linear von der Spannung abhängt. Da der PAG-Prozess beide Vorgänge multiplikativ verknüpft, stellt sich eine quadratische Spannungsabhängigkeit der Kriechrate ein. SIPA- und PAG-Kriechrate hängen in unterschiedlicher Weise von der Stärke der Senken für Punktdefekte ab. Für den Fall, daß die Versetzungen den Großteil der Senken bilden, nimmt die PAG-Kriechrate bei Reduktion der Versetzungsdichte weniger stark ab als die SIPA-Kriechrate. Deshalb findet der Übergang von linearer zu quadratischer Spannungsabhängigkeit mit abnehmender Versetzungsdichte bei niederen Spannungen statt (s. Abb. 26).



**Abb. 26:** Berechnete Kriechraten infolge SIPA- und PAG-Mechanismus als Funktion der Spannung für verschiedene Versetzungsdichten

## 6.2 Vergleich der gemessenen Kriechraten mit den theoretischen Modellen

1. Die lineare Spannungsabhängigkeit der Kriechrate des "kommerziellen" Edelstahl bei kleinen Spannungen deutet darauf hin, daß das Klettern von Versetzungen infolge des SIPA-Mechanismus der dominierende Kriechprozeß in diesem Spannungsbereich ist. (I-Kriechen kommt nicht in Frage, da bei 300°C in Edelstahl vom Typ 316 keine Porenbildung auftritt). Auf Grund der linearen Beziehung zwischen der Kriechrate und der Atomverlagerungsrate (s. Abb. 24) kann angenommen werden, daß der überwiegende Teil der bestrahlungsinduzierten Punktdefekte an Versetzungen eingefangen wird, bevor es zu einer merklichen Rekombination kommt. Die für das Auftreten des SIPA-Mechanismus notwendige Voraussetzung einer vernachlässigbaren Rekombination ist damit gegeben.

2. Der quadratische Anstieg der Kriechrate mit der Spannung bei hohen Spannungen läßt sich mit Hilfe des PAG-Mechanismus erklären. Das Verhältnis von PAG-Kriechrate und SIPA-Kriechrate läßt sich gemäß Gleichung (6.5) und (6.6) bzw. (6.8) wie folgt berechnen

$$\frac{\dot{\epsilon}_{\text{PAG}}}{\dot{\epsilon}_{\text{SIPA}}} = \frac{2}{b} \frac{\sigma}{E} \left( \frac{\pi}{L} \right)^{1/2} \quad (6.9)$$

$$\frac{\dot{\epsilon}_{\text{PAG}}}{\dot{\epsilon}_{\text{SIPA}}} = \frac{2\sigma}{Y} \quad (6.10)$$

Setzt man einen Wert von 250 MPa für die Spannung ein, bei der die Beiträge von SIPA-Kriechrate und PAG-Kriechrate gleich sind (vgl. Abb. 20), so erhält man eine Versetzungsdichte  $L$  von  $5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Dieser Wert erscheint vernünftig für einen kaltbearbeiteten Edelstahl und ist außerdem vergleichbar der von Braggar und Mitarbeitern /47/ gemessenen Sättigungsversetzungsdichte an 20% kaltbearbeiteten Edelstahl vom Typ 316 unter Neutronenbestrahlung. Weiter ergibt sich entsprechend aus

Gleichung (6.10) eine Fließspannung von etwa 500 MPa, was annähernd dem bei Raumtemperatur gemessenen Wert von 600 MPa gleichkommt. Der Unterschied ist mit der Abnahme der Fließspannung mit der Temperatur zu erklären sowie mit der leicht zurückgehenden Versetzungsdichte während der Bestrahlung.

3. Die höhere Kriechrate des "reinen" Edelstahls kann mehrere Ursachen haben. Die geringere Konzentration an leichten Verunreinigungen (wie C, S, usw.) kann infolge der daraus resultierenden kleineren Absorptionsrate an Verunreinigungen zu einer höheren Mobilität der Defekte führen. Das würde die stationäre Konzentration der Defekte verringern, die Wahrscheinlichkeit für die Rekombination reduzieren und deshalb die Einfangrate der Punktdefekte an den Versetzungen erhöhen /60/. Da aber die Rekombination schon im "kommerziellen" (unreinen) Edelstahl vernachlässigbar ist (s. Punkt 1), sollte eine weitere Reduzierung im "reinen" Edelstahl zu keinem Anstieg der Kriechrate um einen Faktor drei führen.

Eine andere Erklärung für den Anstieg der Kriechrate könnte das Auftreten von Verunreinigungen in der Umgebung von Versetzungen sein, die die spannungsinduzierte Wechselwirkung der Versetzung mit den Punktdefekten verändert.

Eine dritte Art die erhöhte Kriechrate zu erklären, liegt in der infolge der verringerten Konzentration an Verunreinigungen kleineren Zahl von Gleithindernissen, was die Verformung der Versetzung begünstigt. Diese Erklärung wird durch die Tatsache unterstützt, daß der "reine" Edelstahl eine quadratische Spannungsabhängigkeit der Kriechrate über den gesamten Spannungsbereich zeigt, womit sich ein dem "kommerziellen" Edelstahl gegenüber verstärkter Gleitprozeß manifestiert.

4. Die reduzierte Kriechrate des geglühten "kommerziellen" Edelstahls läßt sich mit einer verringerten Versetzungsdichte erklären, was auch nach dem Modell von Mansur zu erwarten ist. Wie aus /47/ und den Mikrostrukturuntersuchungen (s. Kap. 5.5) zu ersehen ist, erreichen geglühte Proben im Vergleich zu kalt-

bearbeitetem Material erst nach höheren Bestrahlungsdosen den gemeinsamen stationären Wert der Versetzungsdichte. Während die kaltbearbeiteten Proben nach etwa 0,1 bis 0,2 dpa die stationäre Versetzungsdichte schon erreicht haben, muß das bei der geglühten Probe bei vergleichbarer Bestrahlungsdosis noch nicht der Fall sein, sodaß das Argument der geringeren Versetzungsdichte durchaus seine Gültigkeit haben kann.

Nach diesem qualitativen Vergleich soll zum Abschluß noch eine quantitative Gegenüberstellung der gemessenen Kriechraten mit den theoretischen Modellen versucht werden. Dazu werden die gemäß Gleichung (6.5) und (6.6) berechneten bestrahlungsinduzierten Kriechraten an die experimentell gefundenen Werte angepaßt. Zur Berechnung des Produkts  $D_i C_i$  in Gleichung (6.5) wird in eine von Mansur /61/ gefundene Beziehung eingesetzt,

$$D_i C_i = D_i \frac{K}{G_i} \quad (6.11)$$

$$G_i = S_i^d D_i \quad (6.12)$$

$$S_i^d \approx LZ^d = L 2\pi / \ln (d/a) \quad (6.13)$$

wobei  $G_i$  die Absorption der Zwischengitteratome an den Stufenversetzungen beschreibt. Die Stärke der Versetzungen als Senke für Zwischengitteratome  $S_i^d$  läßt sich als Produkt der Versetzungsdichte  $L$  und der Absorptionswahrscheinlichkeit darstellen, wobei  $d$  die äußere Grenze des Spannungsfeldes der Versetzung (entspricht dem mittleren Abstand der Versetzungen) und  $a$  den Kernradius der Versetzung angibt. Mit den in Tabelle 7 enthaltenen Materialparametern eines Edeltahls vom Typ 316 ergibt sich für  $D_i C_i$  ein Wert von  $6,6 \cdot 10^7 \text{ m}^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

Zur Bestimmung von  $\Delta Z_i^d$  in Gleichung (6.5) wird eine Beziehung von Heald /62/ verwendet. In diesem Ausdruck sind das Zwischengitteratomrelaxationsvolumen  $\Delta V_i$  und die Polarisierbarkeit  $\alpha_i^\mu$  des Zwischengitteratoms als variable Größe enthalten. Wird die

theoretische Kurve wie in Abbildung 27 zu sehen an die experimentellen Daten angepaßt, so ergeben sich für  $\Delta V_i$  und  $\alpha_i^\mu$  folgende Werte

$$\Delta V_i = 2\Omega$$

$$\alpha_i^\mu = -50 \text{ eV}$$

Diese Werte stimmen zumindest größenordnungsmäßig mit den in der Literatur angegebenen überein, die aber selbst wieder stark streuen.

Schubmodul	$\mu$	$6,7 \cdot 10^4 \text{ MPa}$
Poissonsche Zahl	$\nu$	0,3
Elastizitätsmodul	$E$	$1,8 \cdot 10^5 \text{ MPa}$
Burgersvektor	$b$	$2,5 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
Versetzungskernradius	$a$	4 b
Temperatur	$T$	$300^\circ\text{C}$
Versetzungsdichte		$5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$
Atomverlagerungsrate	$K$	$10^{-6} \text{ dpa/sec}$

Tabelle 7: Materialparameter zur Berechnung der bestrahlungsinduzierten Kriechrate nach Gleichung (6.5) und (6.6)

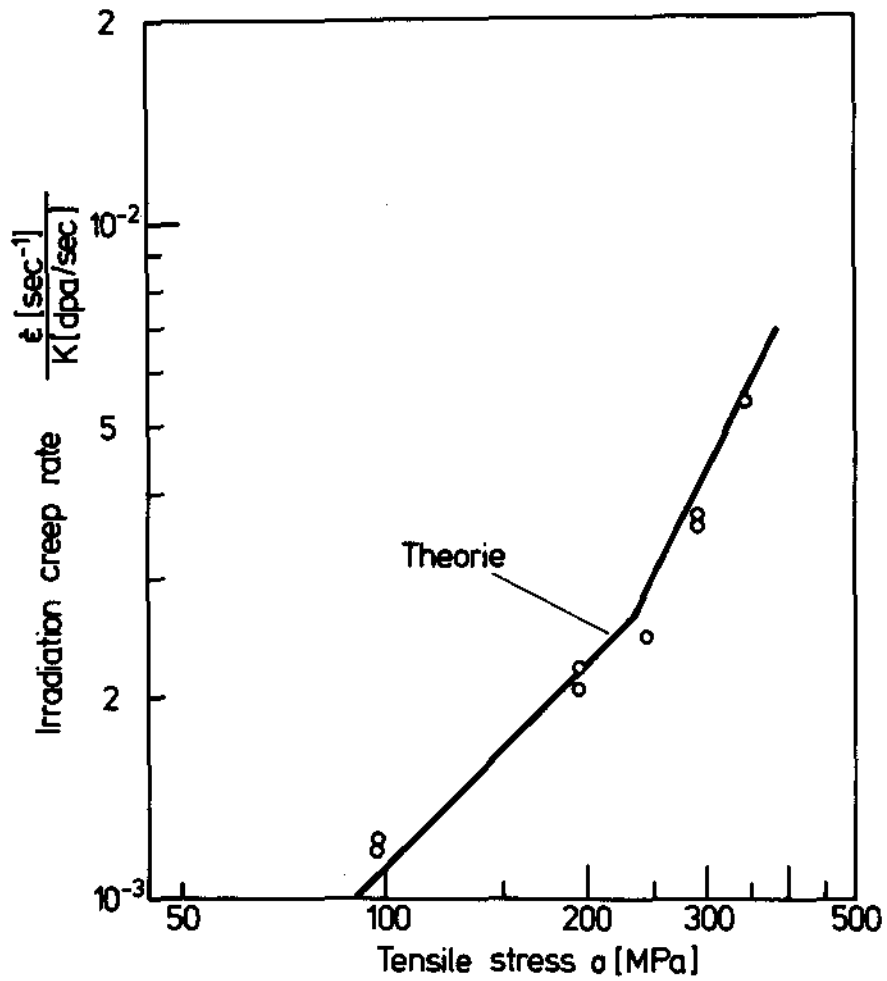


Abb. 27: Nach Gleichung (6.5) und (6.6) berechnete bestrahlungs-induzierte Kriechraten, die durch Variation von  $\Delta V_i$  und  $\alpha_i^\mu$  an die experimentellen Werte angepaßt wurden.

## 7. Zusammenfassung

Es wurde der experimentelle Aufbau einer Apparatur zur Untersuchung des bestrahlungsinduzierten Kriechens von dünnen Edelstahlfolien unter Bestrahlung mit leichten Ionen (Deuteronen, Protonen) beschrieben. Um die im Vergleich zu thermischen Längenänderungen kleinen Dehnungen infolge bestrahlungsinduzierten Kriechens auflösen zu können, ist es notwendig, die Probentemperatur auf  $0,2^{\circ}\text{C}$  konstant zu halten. Dies wird erreicht, indem die Probentemperatur über die Messung des Probenwiderstands bestimmt wird, der über die Regelung eines variablen Gleichstroms durch die Probe auf einem konstanten Wert gehalten wird. Die anfallende Wärme wird von Heliumgas abtransportiert, das an der Probenoberfläche entlangströmt. In einem geschlossenen Gaskreislauf wird das Helium umgewälzt, wieder auf eine konstante Temperatur heruntergekühlt und laufend gereinigt. Zusätzlich zum Widerstand kann die Probentemperatur auch noch über ein Infrarotpyrometer gemessen werden, mit dem es auch möglich ist, die Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche zu untersuchen. Der Ionenstrahl wird mit Hilfe einer Viersektorenblende so justiert, daß die Probe möglichst homogen bestrahlt wird. Die Messung der Strahlstromstärke erfolgt entweder über die Änderung der Widerstandsheizung in der Probe oder über ein Kalorimeter. Bestrahlt wird mit 9 MeV Deuteronen oder 6,2 MeV Protonen, die im Jülicher Kompaktzyklotron beschleunigt wurden. Typische Strahlstromdichten lagen bei  $40\mu\text{A}/\text{cm}^2$ , was einer Atomverlagerungsrate von  $1,25 \cdot 10^{-2}$  dpa/hr entspricht.

An Edelstahl vom Typ 316 von unterschiedlicher Reinheit und differierender Vorbehandlung wurde bestrahlungsinduziertes Kriechen als Funktion der angelegten Zugspannung gemessen. Die Meßwerte sind vergleichbar mit Daten anderer Ionenbestrahlungen und liegen bis zu einem Faktor 10 über den Neutronenergebnissen. Vergleiche mit theoretischen Modellen zeigen, daß das Klettern von Versetzungen infolge spannungsinduzierter selektiver Absorption von Zwischengitteratomen an Versetzungen

(SIPA) sowie das Klettern (infolge SIPA) und anschließendes Gleiten von Versetzungen die dominierenden Mechanismen für das bestrahlungsinduzierte Kriechen sein sollten. Da die Untersuchungen an Proben durchgeführt wurden, deren Strahlenschädigung zwischen 0,1 und 0,25 dpa variierte, können diese Ergebnisse jedoch nicht unmittelbar auf Neutronenbestrahlungen übertragen werden, bei denen Strahlenbelastungen von 10 dpa und höher auftreten.



## 8. Literaturliste

- /1/ A.C. Roberts und A.H. Cottrell, Phil. Mag. 1, 711 (1956)
- /2/ J.W. Joseph Jr., Stress relaxation in stainless steel during irradiation, USAEC Report DP-660, E.I. Du Pont de Nemours & Co, Inc., 1962
- /3/ R.E. Schreiber, Relaxation of torsional stresses in stainless steel during irradiation, USAEC Report DP-660, E.I. Du Pont de Nemours & Co, Inc., 1962
- /4/ G.W. Lewthwaite, D. Mosedale und I.R. Ward, Nature 216, 472 (1967)
- /5/ J.P. Foster, W.G. Wolfer, A. Biancheria und A. Boltax, Proceedings European Conference on irradiation Embrittlement and Creep in fuel cladding and core Components, London 1972, S. 273-281
- /6/ F.A. Nichols, J. Nucl. Mat. 69/70, 451 (1978)
- /7/ S.D. Harkness, F.L. Yagee und F.V. Nolfi Jr., ANL-7883 (1972)
- /8/ W. Schilling und H. Ullmaier, GSI-P2-75 (1975)
- /9/ D.G. Doran, J.R. Beeler Jr., N.D. Dudey und M.J. Fluss, HEDL-TME 73-76 (1973)
- /10/ G.H. Kinchin und R.S. Pease, Rep. Prog. Phys. 18, 1 (1955)
- /11/ IAEA Specialists Meeting, Nucl. Eng. and Design 33, 91 (1975)

- /12/ J. Lindhard, V. Nielsen und M. Scharff, Kgl. Danske Viden-  
skab Selskab, Mat.-fys. Medd. 36, No. 10 (1968)
- /13/ P. Jung, private Mitteilung
- /14/ P. Jung und G. Lucki, Rad. Effects, 26, 99 (1975)
- /15/ R.S. Averbach, R. Benedek und K.L. Merkle, J. Nucl. Mat.  
75, 162 (1978)
- /16/ P. Jung, Chr. Schwaiger und H. Ullmaier, wird in J. Nucl.  
Mat. veröffentlicht
- /17/ C.F. Williamson, J.P. Boujot und J. Picard, CEA-R-3042  
(1966)
- /18/ J. Auer und A.A. Sagües, Radiation Effects and Tritium  
Technology for Fusion Reactors, Gatlinburg 1975, S. II-64
- /19/ A.W. Thompson, Scripta Metall. 8, 145 (1974)
- /20/ T. Reiley und P. Jung, Proceedings of Conference on Radia-  
tion Effects in Breeder Reactor Structural Materials,  
Scottsdale 1977, S. 295
- /21/ R.J. McElroy, J.A. Hudson und R.J. Frances, AERE-R-7998  
(1976)
- /22/ P.L. Hendrick, D.J. Michel und A.G. Pieper, NRL Memorandum  
Report 3312 (1976)
- /23/ Chuck Henager Jr., private Mitteilung
- /24/ K. Herschbach und K. Müller, Radiation Effects and Tritium  
Technology for Fusion Reactors, Gatlinburg 1975, S. II-118

- /25/ P.L. Hendrick, A.L. Bement Jr. und O.K. Harling, Nucl. Instr. and Meth. 124, 389 (1975)
- /26/ P.L. Hendrick, D.J. Michel, A.G. Pieper, R.E. Surratt und A.L. Bement Jr., Nucl. Instr. and Meth. 133, 509 (1976)
- /27/ H. Ullmaier, private Mitteilung
- /28/ VDI-Wärmeatlas, VDI-Verlag, Düsseldorf (1977)
- /29/ J. Hemmerich, R. Hölzle und W. Kogler, Kerntechnik 19, 67 (1977)
- /30/ P. Jung, J. Viehweg und Chr. Schwaiger, Nucl. Instr. and Meth. 154, 207 (1978)
- /31/ M.G. Duncan, ORNL/TM-5715 (1977)
- /32/ L. Weichert, G. Boehrer, H. Brixy, Temperaturmessung, Lexika Verlag Grafenau (1978)
- /33/ D.L. Styris, R.H. Jones, O.K. Harling, G.L. Kulcinski und R.P. Marshall, BNWL (1961) UC-20
- /34/ Mechanische und Physikalische Eigenschaften der austenitischen Chrom-Nickel-Stähle bei hohen Temperaturen, hrsgb. von International Nickel Deutschland GmbH, Düsseldorf (1966)
- /35/ Colin J. Smithells (Hrsgb.), Metals reference book, Butterworths & Co., London (1976)
- /36/ Z.S. Basinski, J.S. Dugdale und A. Howie, Phil. Mag. 8, 1989 (1963)
- /37/ H.R. Brager, E.R. Gilbert und J.L. Straalsund, Rad. Effects 21, 37 (1974)

- /38/ H. Morikawa, Jül-1290 (1976)
- /39/ P. Blanchard, P. Jary und J. Delaplace, J. Nucl. Mat.  
74, 267 (1978)
- /40/ J.A. Hudson, R.S. Nelson und R.J. McElroy, J. Nucl. Mat.  
65, 279 (1977)
- /41/ J.L. Straalsund, Proceedings of Conference on Radiation  
Effects in Breeder Reactor Structural Materials, Scotts-  
dale 1977, S. 191
- /42/ E.R. Gilbert und A.J. Lovell, Proceedings of Conference on  
Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials,  
Scottsdale 1977, S. 269
- /43/ L.S. Walters, G.L. McVay und G.D. Hudman, Proceedings of  
Conference on Radiation Effects in Breeder Reactor Struc-  
tural Materials, Scottsdale 1977, S. 277
- /44/ C.R. Soderberg, Trans. ASME 58, 733 (1936) und I. Finnie  
und W.R. Heller, Creep of Engineering Materials, McGraw-  
Hill, New York (1959)
- /45/ J.M. Dupouy, J. Lehmann, L. Cartier, R. Huillery und  
P. Millet, Proceedings on Conference on Radiation Effects  
in Breeder Reactor Structural Materials, Scottsdale 1977,  
S. 229
- /46/ W. Kesternich, private Mitteilung
- /47/ H.R. Brager, F.A. Garner, E.R. Gilbert, J.E. Flinn und  
W.G. Wolfer, Proceedings on Conference of Radiation  
Effects in Breeder Reactor Structural Materials, Scotts-  
dale 1977, S. 727

- /48/ P.T. Heald und M.V. Speight, Phil. Mag. 29, 1075 (1974)  
und Phil. Mag. 30, 869 (1974)
- /49/ W.G. Wolfer und M. Ashkin, J. Appl. Phys. 46, 446 (1975)  
und J. Appl. Phys. 47, 791 (1976)
- /50/ R. Bullough und J.R. Willis, Phil. Mag. 31, 855 (1975)
- /51/ A.D. Brailsford und R. Boullough, J. Nucl. Mat. 44, 121  
(1972)
- /52/ R. Bullough und M.R. Hayns, J. Nucl. Mat. 57, 348 (1975)
- /53/ W.G. Wolfer, wird in J. Nucl. Mat. veröffentlicht
- /54/ F.A. Garner, W.G. Wolfer und H.R. Brager, HEDL-SA-1414  
(1978)
- /55/ J.H. Gittus, Phil. Mag. 25, 345 (1972)
- /56/ N.F. Mott, Phil. Mag. 43, 1151 (1952)
- /57/ N.J. Friedel, Phil. Mag. 44, 444 (1953)
- /58/ L.K. Mansur, Phil. Mag. 39, 497 (1979)
- /59/ R.W. Cahn (Hrsgb.), Physical Metallurgy, S. 756, North-  
Holland & Co., Amsterdam (1965)
- /60/ L.K. Mansur und M.H. Yoo, J. Nucl. Mat. 74, 228 (1978)
- /61/ L.K. Mansur, Nuclear Technology 40, 5 (1978)
- /62/ P.T. Heald, Proceedings on Conference of Radiation Effects  
on Breeder Reactor Structural Materials, Scottsdale 1977,  
S. 781